

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5220369号
(P5220369)

(45) 発行日 平成25年6月26日(2013.6.26)

(24) 登録日 平成25年3月15日(2013.3.15)

(51) Int. Cl. F I
BO1D 69/12 (2006.01) BO1D 69/12
BO1D 71/26 (2006.01) BO1D 71/26
BO1D 71/36 (2006.01) BO1D 71/36
BO1D 61/14 (2006.01) BO1D 61/14
CO8J 9/26 (2006.01) CO8J 9/26 102

請求項の数 10 (全 18 頁)

(21) 出願番号 特願2007-229183 (P2007-229183)
 (22) 出願日 平成19年9月4日(2007.9.4)
 (65) 公開番号 特開2009-61363 (P2009-61363A)
 (43) 公開日 平成21年3月26日(2009.3.26)
 審査請求日 平成22年2月26日(2010.2.26)

(73) 特許権者 306037311
 富士フイルム株式会社
 東京都港区西麻布2丁目26番30号
 (74) 代理人 100107515
 弁理士 廣田 浩一
 (74) 代理人 100107733
 弁理士 流 良広
 (74) 代理人 100115347
 弁理士 松田 奈緒子
 (72) 発明者 外園 裕久
 神奈川県足柄上郡開成町牛島577番地
 富士フイルム株式会社内
 (72) 発明者 田口 敏樹
 東京都港区西麻布2丁目26番30号 富士フイルム株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 結晶性ポリマー微孔性膜及びその製造方法、並びに濾過用フィルタ

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

結晶性ポリマーからなる結晶性ポリマー層を2層以上積層してなる積層体と、該積層体の厚み方向に貫通した多数の孔部とを有する結晶性ポリマー微孔性膜であって、

前記各結晶性ポリマー層における孔部の平均孔径が、前記各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化し、

前記厚み方向の変化が、連続的に増加、及び連続的に減少のいずれかであり、

前記各結晶性ポリマー層が、それぞれ異なる両端開口径を有することを特徴とする結晶性ポリマー微孔性膜。

【請求項2】

3層以上の結晶性ポリマー層を積層してなる積層体の内部に、孔部の最大平均孔径が最も小さい結晶性ポリマー層を有する請求項1に記載の結晶性ポリマー微孔性膜。

【請求項3】

各結晶性ポリマーが、いずれもポリテトラフルオロエチレンである請求項1から2のいずれかに記載の結晶性ポリマー微孔性膜。

【請求項4】

互いに異なる結晶性ポリマーからなる結晶性ポリマー層を2層以上積層して積層体を形成する積層体形成工程と、

得られた積層体の一側の面を、該積層体をその加熱積層体の融点以上であり、かつ、その未加熱積層体の融点 + 15 以下の温度で加熱して、該積層体の厚み方向に温度勾配を

形成する非対称加熱工程と、

温度勾配を形成した状態の積層体を延伸する延伸工程と、を少なくとも含む結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法。

【請求項 5】

各結晶性ポリマーが、互いに異なる数平均分子量を有する請求項 4 に記載の結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法。

【請求項 6】

各結晶性ポリマーが、いずれもポリテトラフルオロエチレンである請求項 4 から 5 のいずれかに記載の結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法。

【請求項 7】

延伸が、一軸延伸である請求項 4 から 6 のいずれかに記載の結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法。

【請求項 8】

延伸が、二軸延伸である請求項 4 から 6 のいずれかに記載の結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法。

【請求項 9】

請求項 1 から 3 のいずれかに記載の結晶性ポリマー微孔性膜を用いたことを特徴とする濾過用フィルタ。

【請求項 10】

結晶性ポリマー微孔性膜における孔部の平均孔径の大きな側の面をフィルタの濾過面に使用する請求項 9 に記載の濾過用フィルタ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、気体、液体等の精密濾過に使用される濾過効率の高い結晶性ポリマー微孔性膜及び該結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法、並びに濾過用フィルタに関する。

【背景技術】

【0002】

微孔性膜は古くから知られており、濾過用フィルタ等に広く利用されている（非特許文献 1 参照）。このような微孔性膜としては、例えばセルロースエステルを原料とするもの（特許文献 1～7 参照）、脂肪族ポリアミドを原料とするもの（特許文献 8～14 参照）、ポリフルオロカーบอนを原料とするもの（特許文献 15～18 参照）、ポリプロピレンを原料とするもの（特許文献 19 参照）、などが挙げられる。

これらの微孔性膜は、電子工業用洗浄水、医薬用水、医薬製造工程用水、食品水等の濾過、滅菌に用いられ、近年、その用途及び使用量が拡大しており、粒子捕捉の点から信頼性の高い微孔性膜が注目されている。これらの中でも、結晶性ポリマーからなる微孔性膜は耐薬品性に優れており、特に、ポリテトラフルオロエチレン（以下、「PTFE」と称することもある）を原料とした結晶性ポリマー微孔性膜は、耐熱性及び耐薬品性に優れているため、その需要の伸びが著しい。

【0003】

一般に、微孔性膜の単位面積当たりの濾過可能量は少ない（即ち濾過寿命が短い）。このため、工業的に使用する際には、膜面積を増すため、多くの濾過ユニットを並列して使用することを余儀無くされており、濾過工程のコストダウンの観点から、濾過寿命を上げることが必要とされている。例えば目詰まり等による流量低下に有効な微孔性膜として、インレット側からアウトレット側に向かって孔径が徐々に小さくなる非対称膜が提案されている（特許文献 20 及び 21 参照）。

また、小孔径を有する濾過層と、該濾過層より孔径が大きい支持層とからなるポリテトラフルオロエチレン複層多孔膜（特許文献 22 参照）、ポリテトラフルオロエチレンシート上にポリテトラフルオロエチレン乳化分散液を塗布し、延伸したもの（特許文献 23 参

10

20

30

40

50

照)、などが提案されている。

しかし、前記特許文献22及び23では、塗布し、乾燥させた際に、微孔性膜にクラックや欠陥が発生しやすいという問題がある。また、表面のみが小孔径になっているため、十分な濾過寿命が得られないという問題がある。

【0004】

また、特許文献24及び25によれば、複層シート押し出し法により、小孔径の濾過層と、大孔径の支持層を完全に一体化したものが作製できるが、濾過層と支持層の境界部(孔径が不連続な部分)において目詰まりが起きやすいという問題がある。

【0005】

また、特許文献26には、四弗化エチレン樹脂薄膜の厚み方向に温度差と圧縮力をかけて非対称孔径薄膜を製造する方法が提案されている。しかし、この提案では、加熱温度が250～四弗化エチレン樹脂の融点までと低いため、所望の形状の孔部を形成することはできないものである。

【0006】

したがって2層以上の複数層構造の結晶性ポリマー層からなり、微粒子を効率良く捕捉することができ、目詰まりがなく、濾過寿命が長い結晶性ポリマー微孔性膜及びその製造方法、並びに濾過用フィルタの速やかな提供が望まれているのが現状である。

【0007】

【特許文献1】米国特許第1,421,341号明細書

【特許文献2】米国特許第3,133,132号明細書

【特許文献3】米国特許第2,944,017号明細書

【特許文献4】特公昭43-15698号公報

【特許文献5】特公昭45-3313号公報

【特許文献6】特公昭48-39586号公報

【特許文献7】特公昭48-40050号公報

【特許文献8】米国特許第2,783,894号明細書

【特許文献9】米国特許第3,408,315号明細書

【特許文献10】米国特許第4,340,479号明細書

【特許文献11】米国特許第4,340,480号明細書

【特許文献12】米国特許第4,450,126号明細書

【特許文献13】独国特許発明第3,138,525号明細書

【特許文献14】特開昭58-37842号公報

【特許文献15】米国特許第4,196,070号明細書

【特許文献16】米国特許第4,340,482号明細書

【特許文献17】特開昭55-99934号公報

【特許文献18】特開昭58-91732号公報

【特許文献19】西独特許第3,003,400号明細書

【特許文献20】特公昭55-6406号公報

【特許文献21】特公平4-68966号公報

【特許文献22】特開平4-351645号公報

【特許文献23】特開平7-292144号公報

【特許文献24】特開平3-179038号公報

【特許文献25】特開平3-179039号公報

【特許文献26】特公昭63-48562号公報

【非特許文献1】アール・ケスティング(R. Kesting)著「シンセティック・ポリマー・メンブラン(Synthetic Polymer Membrane)」マグローヒル社(McGrawHill社)発行

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

10

20

30

40

50

本発明は、従来における前記諸問題を解決し、以下の目的を達成することを課題とする。即ち、本発明は、2層以上の結晶性ポリマー層からなる積層体と、該積層体の厚み方向に貫通した多数の孔部とを有し、前記各結晶性ポリマー層における孔部の平均孔径を、前記各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化させることにより、微粒子を効率良く捕捉することができ、目詰まりがなく、濾過寿命が長い結晶性ポリマー微孔性膜、及び該結晶性ポリマー微孔性膜を効率良く製造することができる結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法、並びに該結晶性ポリマー微孔性膜を用いた濾過用フィルタを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

前記課題を解決するための手段としては、以下の通りである。即ち、

< 1 > 結晶性ポリマーからなる結晶性ポリマー層を2層以上積層してなる積層体と、該積層体の厚み方向に貫通した多数の孔部とを有する結晶性ポリマー微孔性膜であって、前記各結晶性ポリマー層における孔部の平均孔径が、前記各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化していることを特徴とする結晶性ポリマー微孔性膜である。

< 2 > 厚み方向の変化が、連続的に増加、及び連続的に減少のいずれかである前記< 1 >に記載の結晶性ポリマー微孔性膜である。

< 3 > 各結晶性ポリマー層が、それぞれ異なる両端開口径を有する前記< 1 >から< 2 >のいずれかに記載の結晶性ポリマー微孔性膜である。

< 4 > 3層以上の結晶性ポリマー層を積層してなる積層体の内部に、孔部の最大平均孔径が最も小さい結晶性ポリマー層を有する前記< 1 >から< 3 >のいずれかに記載の結晶性ポリマー微孔性膜である。

< 5 > 各結晶性ポリマー層が、互いに異なる結晶性ポリマーからなる前記< 1 >から< 4 >のいずれかに記載の結晶性ポリマー微孔性膜である。

< 6 > 各結晶性ポリマー層が、互いに異なる数平均分子量の結晶性ポリマーからなる前記< 5 >に記載の結晶性ポリマー微孔性膜である。

< 7 > 各結晶性ポリマーが、いずれもポリテトラフルオロエチレンである前記< 1 >から< 6 >のいずれかに記載の結晶性ポリマー微孔性膜である。

< 8 > 互いに異なる結晶性ポリマーからなる結晶性ポリマー層を2層以上積層して積層体を形成する積層体形成工程と、

得られた積層体の一方の面を加熱して、該積層体の厚み方向に温度勾配を形成する非対称加熱工程と、

温度勾配を形成した状態の積層体を延伸する延伸工程と、を少なくとも含む結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法である。

< 9 > 各結晶性ポリマーが、互いに異なる数平均分子量を有する前記< 8 >に記載の結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法である。

< 10 > 各結晶性ポリマーが、いずれもポリテトラフルオロエチレンである前記< 8 >から< 9 >のいずれかに記載の結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法である。

< 11 > 延伸が、一軸延伸である前記< 8 >から< 10 >のいずれかに記載の結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法である。

< 12 > 延伸が、二軸延伸である前記< 8 >から< 10 >のいずれかに記載の結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法である。

< 13 > 前記< 1 >から< 7 >のいずれかに記載の結晶性ポリマー微孔性膜を用いたことを特徴とする濾過用フィルタである。

< 14 > 結晶性ポリマー微孔性膜における孔部の平均孔径の大きな側の面をフィルタの濾過面に使用する前記< 13 >に記載の濾過用フィルタである。

【0010】

本発明の結晶性ポリマー微孔性膜は、結晶性ポリマーからなる結晶性ポリマー層を2層以上積層してなる積層体と、該積層体の厚み方向に貫通した多数の孔部とを有し、前記各結晶性ポリマー層における孔部の平均孔径が、前記各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化しているため、微粒子を効率良く捕捉することができ、目詰まりがなく、濾過寿命を長く

10

20

30

40

50

することができる。

【0011】

本発明の結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法は、積層体形成工程と、非対称加熱工程と、延伸工程とを少なくとも含む。

本発明の結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法においては、前記積層体形成工程において、互いに異なる結晶性ポリマーからなる結晶性ポリマー層を2層以上積層して積層体を形成する。前記非対称加熱工程において、得られた積層体の一方の面を加熱して、該積層体の厚み方向に温度勾配が形成される。前記延伸工程において、温度勾配を形成した状態の積層体を延伸する。その結果、各結晶性ポリマー層における孔部の平均孔径が、各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化しており、微粒子を効率良く捕捉することができ、目詰まりがなく、濾過寿命が長い結晶性ポリマー微孔性膜を効率良く製造することができる。

10

【0012】

本発明の濾過用フィルタは、本発明の前記結晶性ポリマー微孔性膜を用いているので、平均孔径が大きい面（表面）をインレット側として濾過を行うことにより、効率よく微粒子を捕捉することができる。また、比表面積が大きいため微細粒子が最小孔径部分に到達する以前に吸着又は付着によって除かれる効果が大きく、濾過寿命を大きく改善することができる。

【発明の効果】

【0013】

本発明によると、従来における問題を解決することができ、2層以上の結晶性ポリマー層からなる積層体と、該積層体の厚み方向に貫通した多数の孔部とを有し、前記各結晶性ポリマー層における孔部の平均孔径を、前記各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化させることにより、微粒子を効率良く捕捉することができ、目詰まりがなく、濾過寿命が長い結晶性ポリマー微孔性膜、及び該結晶性ポリマー微孔性膜を効率良く製造することができる結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法、並びに該結晶性ポリマー微孔性膜を用いた濾過用フィルタを提供することができる。

20

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

（結晶性ポリマー微孔性膜）

本発明の結晶性ポリマー微孔性膜は、結晶性ポリマーからなる結晶性ポリマー層を2層以上積層してなる積層体と、該積層体の厚み方向に貫通した多数の孔部とを有してなり、更に必要に応じてその他の構成を有してなる。

30

【0015】

前記積層体とは、2層以上の結晶性ポリマー層を貼り合わせたり、積層したりすることにより形成される「複層構造」であり、「単層構造」ではないことを意味する。

前記「積層構造」であることは、結晶性ポリマー層と結晶性ポリマー層の間に境界を有することにより、境界を有さない「単層構造」と明確に区別できる。ここで、結晶性ポリマー層と結晶性ポリマー層の間の境界は、例えば結晶性ポリマー微孔性膜を厚み方向に切断した切断面を光学顕微鏡や走査型電子顕微鏡（SEM）で観察することにより検出することができる。

40

なお、前記積層体には、延伸処理後の積層体も含まれる。

【0016】

本発明においては、前記各結晶性ポリマー層における孔部の平均孔径が、前記各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化している。これにより、微粒子を効率良く捕捉することができ、目詰まりがなく、濾過寿命を長くすることができる。

前記厚み方向の変化は、連続的に増加、及び連続的に減少のいずれかであることが好ましいが、非連続に増加又は非連続に減少を一部に含んでも構わない。

前記「各結晶性ポリマー層における孔部の平均孔径が、前記各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化している」とは、横軸に結晶性ポリマー微孔性膜のおもて面からの厚み方向の距離 d （おもて面からの深さに相当）をとり、縦軸に孔部の平均孔径 D をとったとき、（

50

1) おもて面 ($d = 0$) からうら面 ($d = \text{膜厚}$) に至るまでのグラフが、結晶性ポリマー層ごとに1本の連続線で描かれ(連続的)、グラフの傾き (dD/dt) が負の領域(減少)、及び傾きが正の領域(増加)のいずれであるが、傾きが0(ゼロ)の場合(変化なし)は含まれない。

これらの中でも、各結晶性ポリマー層における孔部の平均孔径が、おもて面からうら面に至るまでのグラフが連続的に減少しているものが特に好ましい。

本発明においては、結晶性ポリマー微孔性膜における非対称加熱面の反対側である孔部の平均孔径が大きい方の面を「おもて面」と言い、非対称加熱面である孔部の平均孔径が小さい方の面を「うら面」と言っているが、これは本発明の説明をわかりやすくするために便宜的につけた呼称に過ぎない。したがって、複層ポリテトラフルオロエチレン未加熱フィルム(積層体)のいずれの面を非対称加熱して「うら面」にしても構わない。

【0017】

ここで、図1に示すように、結晶性ポリマー層101、102を積層した2層構造の本発明の結晶性ポリマー微孔性膜における孔部101a、102aの孔径は、いずれも各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化(連続的に減少)しており、結晶性ポリマー微孔性膜全体としては、孔径が厚み方向に変化(段階的に減少)している。

これに対し、図2に示すように、結晶性ポリマー層101、102を積層した2層構造の従来結晶性ポリマー微孔性膜における孔部101b、102bの孔径は、いずれも各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化しておらず、結晶性ポリマー微孔性膜全体としては、孔径が厚み方向に変化(段階的に減少)している。

また、図3に示すように、結晶性ポリマー層101、102、103を積層した3層構造の本発明の結晶性ポリマー微孔性膜における孔部101a、102a、103aの孔径は、いずれも各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化(連続的に減少)しており、結晶性ポリマー微孔性膜全体としては、孔径が厚み方向に変化(段階的に減少)している。

これに対し、図4に示すように、結晶性ポリマー層101、102、103を積層した3層構造の従来結晶性ポリマー微孔性膜における孔部101b、102b、103bの孔径は、いずれも各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化しておらず、結晶性ポリマー微孔性膜全体としても、孔径が厚み方向に段階的に変化している部分がある。

【0018】

また、結晶性ポリマー微孔性膜における各結晶性ポリマー層は、それぞれ異なる両端開口径を有することが好ましい。即ち、図1に示すように、各結晶性ポリマー層101、102における孔部101a、102aの孔径が各結晶性ポリマー層の厚み方向に連続的に減少している場合には、両端開口径 L_1 、 L_2 は $L_1 > L_2$ となり、両端開口径 L_3 、 L_4 は $L_3 > L_4$ となる。

この場合、各結晶性ポリマー層において、おもて面とうら面における孔部の平均孔径の比(おもて面/うら面)比は5倍~30倍が好ましく、10倍~25倍がより好ましく、15倍~20倍が更に好ましい。

【0019】

また、3層以上の結晶性ポリマー層を積層してなる積層体の内部に、孔部の最大平均孔径が最も小さい結晶性ポリマー層を有することが好ましい。これにより、捕捉粒径に最も影響する最も小さい径の結晶性ポリマー層を、摩擦、引っ掻き等の物理的破壊要因から保護することができ、捕捉性能の安定化を図ることができる。

ここで、図3に示すように、結晶性ポリマー層101、102、103を積層した3層構造の結晶性ポリマー微孔性膜における孔部101a、102a、103aにおいて、孔部の最大平均孔径 L_{m1} 、 L_{m2} 、 L_{m3} のうち最も小さい最大平均孔径 L_{m2} を有する結晶性ポリマー層102が結晶性ポリマー微孔性膜(積層体)の内部に存在している。

【0020】

ここで、前記孔部の平均孔径は、例えば走査型電子顕微鏡(日立S-4000型、蒸着は日立E1030型、いずれも日立製作所製)で膜表面の写真(SEM写真、倍率1,000倍~5,000倍)をとり、得られた写真を画像処理装置(本体名:日本アビオニクス株

10

20

30

40

50

式会社製、TVイメージプロセッサTVIP-4100II、制御ソフト名：ラトックシステムエンジニアリング株式会社製、TVイメージプロセッサイメージコマンド4198)に取り込んで結晶性ポリマー繊維のみからなる像を得て、その像を演算処理することにより平均孔径が求められる。

【0021】

- 結晶性ポリマー -

本発明において、前記「結晶性ポリマー」とは、分子構造の中に長い鎖状の分子が規則的に並んだ結晶性領域と、規則的に並んでいない非結晶領域が混在したポリマーを意味し、このようなポリマーは物理的な処理により、結晶性が発現する。例えば、ポリエチレンフィルムを外力により延伸すると、初めは透明なフィルムが白濁する現象が認められる。これは外力によりポリマー内の分子配列が一つの方向に揃えられることによって、結晶性が発現したことに由来する。

10

【0022】

前記結晶性ポリマーとしては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、例えばポリアルキレン、ポリエステル、ポリアミド、ポリエーテル、液晶性ポリマーなどが挙げられ、具体的には、ポリエチレン、ポリプロピレン、ナイロン、ポリアセタール、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレンテレフタレート、シンジオタクチック・ポリスチレン、ポリフェニレンサルファイド、ポリエーテルエーテルケトン、全芳香族ポリアミド、全芳香族ポリエステル、フッ素樹脂、ポリエーテルニトリル、などが挙げられる。

20

これらの中でも、耐薬品性と取り扱い性の観点から、ポリアルキレン（例えば、ポリエチレン及びポリプロピレン）が好ましく、該ポリアルキレンにおけるアルキレン基の水素原子がフッ素原子によって一部又は全部が置換されたフッ素系ポリアルキレンがより好ましく、ポリテトラフルオロエチレン（PTFE）が特に好ましい。

前記ポリエチレンは、その分岐度により密度が変化し、分岐度が多く、結晶化度が低いものが低密度ポリエチレン（LDPE）、分岐度が少なく、結晶化度の高いものが高密度ポリエチレン（HDPE）と分類され、いずれも用いることができる。これらの中でも、結晶性コントロールの点から、HDPEが特に好ましい。

【0023】

前記ポリテトラフルオロエチレンは、通常、乳化重合法により製造されたポリテトラフルオロエチレンを用いることができ、乳化重合により得られた水性分散体を凝析することにより取得した微粉末状のポリテトラフルオロエチレンを使用することが好ましい。

30

【0024】

前記ポリテトラフルオロエチレンとしては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、市販品を用いることができる。該市販品としては、例えば、ポリフロンPTFE F-104、ポリフロンPTFE F-201、ポリフロンPTFE F-205、ポリフロンPTFE F-207、ポリフロンPTFE F-301（いずれも、ダイキン工業株式会社製）；Fluon PTFE CD1、Fluon PTFE CD141、Fluon PTFE CD145、Fluon PTFE CD123、Fluon PTFE CD076、Fluon PTFE CD090（いずれも、旭硝子株式会社製）；テフロン（登録商標）PTFE 6-J、テフロン（登録商標）PTFE 62XT、テフロン（登録商標）PTFE 6C-J、テフロン（登録商標）PTFE 640-J（いずれも、三井デュボンフロロケミカル株式会社製）、などが挙げられる。これらの中でも、F-104、CD1、CD141、CD145、CD123、6-Jが好ましく、F-104、CD1、CD123、6-Jがより好ましく、CD123が特に好ましい。

40

【0025】

前記各結晶性ポリマーは、そのガラス転移温度が、40～400であることが好ましく、50～350がより好ましい。

前記各結晶性ポリマーの質量平均分子量は、それぞれ1,000～100,000,0

50

00が好ましい。

前記各結晶性ポリマーの数平均分子量は、それぞれ500～50,000,000が好ましく、1,000～10,000,000がより好ましい。

ここで、前記数平均分子量は、例えばゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)により測定することができる。しかし、PTFEは溶剤に不溶であるため、DSC測定による結晶化熱(H_c : cal/g)測定を行い、関係式: $M_n = 2.1 \times 10^{10} \times H_c^{-5.16}$ 、を用いて算出することが好ましい。

【0026】

前記結晶性ポリマー微孔性膜における各結晶性ポリマー層は、互いに異なる結晶性ポリマーを含有することが好ましい。

10

ここで、前記「互いに異なる」とは、各結晶性ポリマー層における結晶性ポリマーの材料、数平均分子量、結晶化度などが異なることを意味する。

前記各結晶性ポリマーの材料としては、それぞれ同じ材料であってもよいし、異なる材料であってもよく、各結晶性ポリマーが同じ材料である場合には、数平均分子量、及び結晶化度のいずれかが異なる結晶性ポリマーを用いればよい。

前記異なる材料の結晶性ポリマーとしては、例えばPTFEとポリエチレンとを用いる場合などが挙げられる。

前記異なる数平均分子量の結晶性ポリマーとしては、例えばPTFEの場合には、数平均分子量の差が、100万以上のものが挙げられる。

前記結晶化度が異なる結晶性ポリマーとしては、例えばPTFEの場合には、結晶化度の差が5%以上のものが挙げられる。

20

ここで、前記結晶化度は、例えば広角X線回折、NMR、赤外線(IR)、DSC、密度測定、「ふっ素樹脂ハンドブック」(日刊工業新聞社、里川孝臣編)P.45に記載の方法などにより測定することができる。

【0027】

前記結晶性ポリマー微孔性膜の合計膜厚は、1 μ m～300 μ mが好ましく、5 μ m～100 μ mがより好ましく、10 μ m～80 μ mが更に好ましい。

【0028】

(結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法)

本発明の結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法は、積層体形成工程と、非対称加熱工程と、延伸工程とを少なくとも含み、更に必要に応じてその他の工程を含んでなる。

30

【0029】

- 積層体形成工程 -

前記積層体形成工程は、互いに異なる結晶性ポリマーからなる結晶性ポリマー層を2層以上積層して積層体を形成する工程である。

前記互いに異なる結晶性ポリマーとしては、上述したもののの中から目的に応じて適宜選択して用いることができる。

【0030】

前記積層体形成工程は、特に制限はなく、公知のペースト押し出し方法に準じて行うことができる。

40

まず、各結晶性ポリマーを押し出し剤と混合した混合物(ペースト)を2層以上積層して予備成形体を作製し、該予備成形体をペースト押し出し装置で圧延することにより複層結晶性ポリマー未加熱フィルム(積層体)を作製する。前記押し出し剤としては、液状潤滑剤を用いることが好ましく、例えば、ソルベントナフサ、ホワイトオイルなどが挙げられる。また、前記押し出し剤としては、市販品を用いることができ、該市販品としては、エッソ石油株式会社製「アイソパー」などの炭化水素油を用いても構わない。前記押し出し剤の添加量は、前記結晶性ポリマー100質量部に対して、20質量部～30質量部が好ましい。

【0031】

前記ペースト押し出しは、50～80の温度にて行うことが好ましい。押し出し形状については、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、通常は棒状乃至矩

50

形状が好ましい。押出物は、次いで圧延することによりフィルム状にする。圧延は、例えばカレンダーロールにより50m/分の速度でカレンダー掛けすることにより行うことができる。圧延温度は、通常50～70に設定することができる。その後、フィルムを加熱することにより押出助剤を除去して複層結晶性ポリマー未加熱フィルムとする。このときの加熱温度は用いる結晶性ポリマーの種類に応じて適宜選定することができるが、40～400が好ましく、60～350がより好ましい。例えばポリテトラフルオロエチレンを用いる場合には、150～280が好ましく、200～255がより好ましい。加熱は、フィルムを熱風乾燥炉に通すなどの方法で行うことができる。このようにして製造される複層結晶性ポリマー未加熱フィルムの厚みは、最終的に製造しようとする結晶性ポリマー微孔性膜の厚みに応じて適宜調整することができ、後の工程で延伸

10

を行う場合には、延伸による厚みの減少も考慮して調整することが必要である。

なお、複層結晶性ポリマー未加熱フィルムの製造に際しては、「ポリフロンハンドブック」(ダイキン工業株式会社発行、1983年改訂版)に記載されている事項を適宜採用することができる。

【0032】

ここで、図5～図8を参照して、本発明の結晶性ポリマー微孔性膜の製造方法の一例について説明する。

図7に示すように、2種のPTFEのファインパウダー1及び2を含む第1層4及び第2層5からなる予備成形体10を作製する。

これら各層は、平均一次粒径0.2μm～0.4μmのPTFE乳化重合水性分散体を凝析して製造したPTFEのファインパウダーにソルベントナフサ、ホワイトオイル等のような液状潤滑剤を添加したペースト1及びペースト2から得られる。前記液状潤滑剤の使用量は、その種類、成形条件等によって異なり、通常PTFEのファインパウダー100質量部に対して20質量部～35質量部の範囲で用いられる。更に必要に応じて着色剤などを添加することもできる。

20

まず、図5に示すような箱形状の下金型8内に、第1層を形成するためのPTFEのファインパウダー1を含むペースト1を層状に下金型8上に載せ、次に、上金型(不図示)を矢印方向に押圧する。これにより圧縮されて第1層4が形成される。

次に、上金型(不図示)を取り外して、第1層4上に第2層を形成するためのPTFEのファインパウダー2を含むペースト2を載せ、同様に上金型(不図示)を用いて圧縮し、図6に示すように第1層4上に第2層5を形成する。以上により、図7に示すようなペースト押出装置のシリンダー部の中に収納される寸法に成形された予備成形体10が得られる。

30

【0033】

次に、得られた予備成形体10を図8に示すペースト押出装置のシリンダー部に収納した後、これを加圧手段(不図示)によって矢印方向に押圧する。図8のペースト押出装置のシリンダー部は、例えば軸直角方向断面は50mm×100mmの矩形であり、出口部でシリンダー部の一方が絞られたノズル50mm×5mmで構成されている。

このようにして第1層4及び第2層5が完全に一体化され、各層が均一な厚みを有する複層ポリテトラフルオロエチレン未加熱フィルム(積層体)15が成形される。この積層体の各層の厚み構成比は、前記予備成形体の各層の厚み構成比と同一のものを有していることが実体顕微鏡によって確認できている。

40

【0034】

- 非対称加熱工程 -

前記非対称加熱工程は、得られた積層体の一方の面を加熱して、該積層体の厚み方向に温度勾配を形成する工程である。

ここで、前記非対称加熱とは、結晶性ポリマーからなる結晶性ポリマー層を2層以上積層してなる積層体をその加熱積層体の融点以上であり、かつ、その未加熱積層体の融点+15以下の温度で加熱処理することを意味する。

本発明において、未加熱積層体とは、非対称加熱処理をしていないものを意味する。ま

50

た、未加熱積層体の融点とは、未加熱積層体を示差走査熱量計により測定した際に現れる吸熱カーブのピークの温度を意味する。前記加熱積層体の融点及び未加熱体の融点は、結晶性ポリマーの種類や数平均分子量等により変化するが、50 ~ 450 が好ましく、80 ~ 400 がより好ましい。

このような温度は、以下のように考えることができる。例えば、ポリテトラフルオロエチレンの場合、加熱積層体の融点が約324 で未加熱積層体の融点が約345 である。したがって、融点約324 のものと融点約345 のものが混在している状態である半加熱積層体にするには、ポリテトラフルオロエチレンフィルムの場合には、324 ~ 360 が好ましく、335 ~ 350 がより好ましく、例えば345 の温度に加熱する。

【0035】

前記非対称加熱工程における、熱エネルギーの供給については、連続的に供給する方法、もしくは何度かに分割して間欠的にエネルギーを供給する方法のいずれも採用することができる。前記非対称加熱の定義上、積層体のおもて面とうら面で温度に差を生じさせることが必要であるが、この方法として、間欠的にエネルギーを供給することによりうら面の温度上昇を抑えるという方法が利用できる。一方、連続的に加熱する場合、この温度勾配を保持するために、おもて面の加熱と同時にうら面を冷却するという方法も有効に使用できる。

【0036】

前記熱エネルギーの供給方法としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができる。例えば(1)積層体に熱風を吹き付ける方法、(2)積層体に熱媒に接触させる方法、(3)積層体を加熱部材に接触させる方法、(4)積層体に赤外線を照射する方法、(5)積層体をマイクロ波等の電磁波により加熱する方法などが使用できる。これらの中でも、(3)加熱部材に接触させる方法、(4)赤外線を照射する方法が好ましい。

前記(3)の加熱部材としては、加熱ロールが好ましい。加熱ロールであれば、工業的に流れ作業で連続的に非対称加熱を行うことができ、しかも温度制御や装置のメンテナンスも容易である。加熱ロールの温度は、上記半加熱積層体にする際の温度に設定することができる。加熱ロールにフィルムを接触させる時間は、目的とする非対称加熱が十分に進行するのに必要な時間であり、30秒間~120秒間が好ましく、45秒間~90秒間がより好ましく、60秒間~80秒間が更に好ましい。

【0037】

前記(4)の赤外線照射としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができる。

前記赤外線の一般的な定義は「実用赤外線」(人間と歴史社、1992年発行)を参考にすることができる。本発明において、前記赤外線とは、波長が0.74 μm ~ 1,000 μm の電磁波を意味し、そのうち波長が0.74 μm ~ 3 μm の範囲を近赤外線とし、波長が3 μm ~ 1,000 μm の範囲を遠赤外線とする。

本発明においては、未加熱積層体の表面と裏面での温度差がある方が好ましいため、表層の加熱に有利な遠赤外線が好ましく使用される。

前記赤外線の装置の種類としては、目的の波長の赤外線が照射できれば特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、一般的に、近赤外線は電球(ハロゲンランプ)、遠赤外線はセラミック、石英、金属酸化面などの発熱体を用いることができる。

また、赤外線照射であれば、工業的に流れ作業で連続的に非対称加熱を行うことができ、しかも温度制御や装置のメンテナンスも容易である。また非接触であるため、クリーン、かつ毛羽立ちのような欠陥が生じることがない。

前記赤外線照射によるフィルム表面温度は、赤外線照射装置の出力、赤外線照射装置とフィルム表面の距離、照射時間(搬送速度)、雰囲気温度で制御でき、上記の半加熱体にする際の温度に設定することができるが、324 ~ 380 が好ましく、335 ~ 360 がより好ましい。前記表面温度が、324 未満であると、結晶状態が変化せず、孔径制御ができなくなることがあり、380 を超えると、積層体全体が溶融することに

10

20

30

40

50

より過度に形状が変形したり、結晶性ポリマーの熱分解が生じることがある。

前記赤外線照射時間は、特に制限はなく、目的とする非対称加熱が十分に進行するのに必要な時間であり、30秒間～120秒間が好ましく、45秒間～90秒間がより好ましく、60秒間～80秒間が更に好ましい。

前記非対称加熱における赤外線照射は、連続的に行ってもよく、又は何度かに分割して間欠的に行ってもよい。

【0038】

また、積層体の厚み方向の温度勾配としては、おもて面とうら面の温度差は30以上が好ましく、50以上であることがより好ましい。

なお、連続的に積層体のうら面を加熱する場合には、積層体のおもて面とうら面で温度勾配を保持するため、うら面の加熱と同時におもて面を冷却することが好ましい。

前記おもて面を冷却する方法としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば冷風を吹き付ける方法、冷媒に接触させる方法、冷却した材料に接触させる方法、放冷による冷却等の種々の方法が使用でき、フィルムの表面に冷却部材を接触させる方法は、接触物表面が遠赤外線により加熱されるため好ましくない。

また、前記非対称加熱工程を間欠的に行う場合にも、積層体のうら面を間欠的に加熱及び冷却し、表面の温度上昇を抑制することが好ましい。

【0039】

- 延伸工程 -

前記延伸工程は、温度勾配を形成した状態の積層体を延伸する工程である。

前記延伸は、長手方向と幅方向の両方について行うことが好ましい。長手方向と幅方向について、それぞれ逐次延伸を行ってもよいし、同時に二軸延伸を行ってもよい。

長手方向と幅方向について、それぞれ逐次延伸を行う場合には、まず、長手方向の延伸を行ってから幅方向の延伸を行うことが好ましい。

前記長手方向の延伸倍率は、4倍～100倍が好ましく、8倍～90倍がより好ましく、10倍～80倍が更に好ましい。長手方向の延伸温度は、100～300が好ましく、200～290がより好ましく、250～280が特に好ましい。

前記幅方向の延伸倍率は、10倍～100倍が好ましく、12倍～90倍がより好ましく、15倍～70倍が更に好ましく、20倍～40倍が特に好ましい。幅方向の延伸温度は、100～300が好ましく、200～290がより好ましく、250～280が特に好ましい。

面積延伸倍率は、50倍～300倍が好ましく、75倍～290倍がより好ましく、100倍～280倍が更に好ましい。延伸を行う際には、予め延伸温度以下の温度に結晶性ポリマーフィルムを予備加熱しておいてもよい。

なお、延伸後に、必要に応じて熱固定を行うことができる。該熱固定の温度は、通常、延伸温度以上で結晶性ポリマーの融点未満で行うことが好ましい。

【0040】

本発明の結晶性ポリマー微孔性膜は、様々な用途に用いることができるが、特に、以下に説明する濾過用フィルタとして好適に用いることができる。

【0041】

(濾過用フィルタ)

本発明の濾過用フィルタは、本発明の前記結晶性ポリマー微孔性膜を用いることを特徴とする。

本発明の結晶性ポリマー微孔性膜を濾過用フィルタとして用いるときは、その表面(平均孔径が大きい面)をインレット側として濾過を行う。即ち、ポアサイズの大きな表面側をフィルタの濾過面に使用する。このように、平均孔径が大きい面(表面)をインレット側として濾過を行うことにより、効率よく微粒子を捕捉することができる。

また、本発明の結晶性ポリマー微孔性膜は比表面積が大きいいため、その表面から導入された微細粒子が最小孔径部分に到達する以前に吸着又は付着によって除かれる。したがって、目詰まりを起こしにくく、長期間にわたって高い濾過効率を維持することができる。

10

20

30

40

50

【0042】

本発明の濾過用フィルタは、差圧 0.1 kg/cm^2 として濾過を行った時に、少なくとも $5\text{ ml/cm}^2 \cdot \text{min}$ 以上の濾過が可能なものとする事ができる。

本発明の濾過用フィルタは、プリーツ状に加工成形することが好ましい。プリーツ状に加工することにより、カートリッジあたりのフィルタの濾過に使用する有効表面積を増大させることができるという利点がある。

【0043】

本発明の結晶性ポリマー微孔性膜を用いた濾過用フィルタは、このように濾過機能が高くて長寿命であるという特徴を有することから、濾過装置をコンパクトにまとめることができる。従来の濾過装置では、多数の濾過ユニットを並列的に使用して濾過寿命の短さに対処していたが、本発明の濾過用フィルタを用いれば並列的に使用する濾過ユニットの数を大幅に減らすことができる。また、濾過用フィルタの交換期間も大幅に延ばすことができるため、メンテナンスにかかる費用や時間を節減できる。

10

【0044】

本発明の濾過用フィルタは、濾過が必要とされる様々な状況において使用することができ、気体、液体等の精密濾過に好適に用いられ、例えば、腐食性ガス、半導体工業で使用される各種ガス等の濾過、電子工業用洗浄水、医薬用水、医薬製造工程用水、食品水等の濾過、滅菌に用いられる。特に、本発明の濾過用フィルタは耐熱性及び耐薬品性に優れているため、従来の濾過用フィルタでは対応できなかった高温濾過や反応性薬品の濾過にも効果的に用いられる。

20

【実施例】

【0045】

以下、本発明の実施例を説明するが、本発明は、これらの実施例に何ら限定されるものではない。

【0046】

(実施例1)

<ポリテトラフルオロエチレン微孔性膜の作製>

- 予備成形体の作製 -

結晶性ポリマーとして数平均分子量が100万のポリテトラフルオロエチレンのファインパウダー(旭硝子株式会社製、「Fluon PTFE CD1」)100質量部に、押出助剤として炭化水素油(エッソ石油株式会社製、「アイソパーM」)27質量部を加えた。これをペースト1とした。

30

同様に、数平均分子量が1000万のポリテトラフルオロエチレンのファインパウダー(旭硝子株式会社製、「Fluon PTFE CD123」)100質量部に、押出助剤として炭化水素油(エッソ石油株式会社製、「アイソパーM」)27質量部を加えた。これをペースト2とした。

次に、ペースト1と、ペースト2とを厚み比(ペースト1/ペースト2)が4/1となるように、図6に示すように敷き詰め(図6中ではペースト1を5、ペースト2を4で表す)、加圧し、予備成形体10とした(図7参照)。

以降の処理では、ペースト1(5)側を「おもて面」、ペースト2(4)側を「うら面」とした。

40

【0047】

- 未加熱フィルムの作製 -

作製した予備成形体を、図8に示すようなペースト押し出し金型のシリンダー内に挿入し、シート状に複層ペースト押し出しを行った。これを、60に加熱したカレンダーロールによりカレンダー掛けして、複層ポリテトラフルオロエチレンフィルムを作製した。得られた複層ポリテトラフルオロエチレンフィルムを250の熱風乾燥炉に通して押出助剤を乾燥除去し、平均厚さ100 μm 、平均幅150mm、比重1.55の複層ポリテトラフルオロエチレン未加熱フィルムを作製した。

【0048】

50

- 半加熱フィルムの作製 -

得られた複層ポリテトラフルオロエチレン未加熱フィルムのうら面（ペースト2側）を、タングステンフィラメント内蔵のハロゲンヒーターで近赤外線により、フィルム表面温度が345 で1分間加熱して、半加熱フィルムを作製した。

【0049】

- ポリテトラフルオロエチレン微孔性膜の作製 -

得られた半加熱フィルムを270 にて長手方向に12.5倍にロール間延伸し、一旦巻き取りロールに巻き取った。その後、フィルムを305 に予備加熱した後、両端をクリップで挟み、270 で幅方向に30倍に延伸した。その後、380 で熱固定を行った。得られた延伸フィルムの面積延伸倍率は、伸長面積倍率で260倍であった。以上により、実施例1のポリテトラフルオロエチレン微孔性膜を作製した。

10

【0050】

（実施例2）

- ポリテトラフルオロエチレン微孔性膜の作製 -

実施例1において、予備成形体を作製する際に厚み比を、おもて面からペースト1/ペースト2/ペースト1 = 3/1/1とした以外は、実施例1と同様にして、実施例2のポリテトラフルオロエチレン微孔性膜を作製した。

【0051】

（実施例3）

- ポリテトラフルオロエチレン微孔性膜の作製 -

実施例1において、ポリテトラフルオロエチレン複層未加熱フィルムのうら面を、350 に保温したロール（表面材質：SUS316）で1分間加熱した以外は、実施例1と同様にして、実施例3のポリテトラフルオロエチレン微孔性膜を作製した。

20

【0052】

（比較例1）

- ポリテトラフルオロエチレン微孔性膜の作製 -

実施例1において、ポリテトラフルオロエチレン複層未加熱フィルムの非対称加熱処理を行わなかった以外は、実施例1と同様にして、比較例1のポリテトラフルオロエチレン微孔性膜を作製した。

【0053】

（比較例2）

- ポリテトラフルオロエチレン微孔性膜の作製 -

実施例1において、ポリテトラフルオロエチレン複層未加熱フィルムの両面を、オープンを用いて345 で1分間加熱した以外は、実施例1と同様にして、比較例2のポリテトラフルオロエチレン微孔性膜を作製した。

30

【0054】

（比較例3）

- ポリテトラフルオロエチレン微孔性膜の作製 -

実施例2において、ポリテトラフルオロエチレン複層未加熱フィルムの両面を、オープンを用いて345 で1分間加熱した以外は、実施例2と同様にして、比較例3のポリテトラフルオロエチレン微孔性膜を作製した。

40

【0055】

次に、作製した実施例1～3及び比較例1～3の各ポリテトラフルオロエチレン微孔性膜について、以下のようにして、平均膜厚、及びおもて面からの厚み方向における平均孔径の測定を行った。

【0056】

<平均膜厚>

実施例1～3及び比較例1～3の各ポリテトラフルオロエチレン微孔性膜の膜厚をダイヤル式厚さゲージ（アンリツ株式会社製、K402B）により測定した。なお、任意の3箇所を測定し、その平均値を求めた。結果を表1に示す。

50

【 0 0 5 7 】

【表 1】

	平均膜厚(μm)
実施例1	50
実施例2	50
実施例3	50
比較例1	50
比較例2	50
比較例3	50

10

【 0 0 5 8 】

<おもて面からの厚み方向における平均孔径の測定>

実施例 1 ~ 3 及び比較例 1 ~ 3 の各ポリテトラフルオロエチレン微孔性膜について、微孔性膜の膜厚を 20 とし、おもて面から厚み方向に 0 (即ち、表層)の部分における平均孔径を P0、厚み方向に 1 の部分における平均孔径を P1、・・・、厚み方向に 20 の部分における平均孔径を P20 とし、P0 ~ P20 をそれぞれフィルム断面の SEM 写真から求めた。ここで、SEM 写真は走査型電子顕微鏡(日立 S - 4000 型、蒸着は日立 E1030 型、いずれも日立製作所製)で倍率 1,000 倍 ~ 5,000 倍)をとり、得られた写真を画像処理装置(本体名:日本アビオニクス株式会社製、TVイメージプロセッサ TVIP - 4100 II、制御ソフト名:ラトックシステムエンジニアリング株式会社製、TVイメージプロセッサイメージコマンド 4198)に取り込んでポリテトラフルオロエチレン繊維のみからなる像を得、その像を演算処理することにより平均孔径を求めた。

20

上記のように求めた P0 ~ P20 の値を基に、おもて面からの厚み方向の距離(μm)における平均孔径(μm)をプロットした。結果を図 9 ~ 図 14 に示す。

【 0 0 5 9 】

図 9 の結果から、実施例 1 の微孔性膜は、該微孔性膜を構成する 2 層の結晶性ポリマー層における孔部の平均孔径が、いずれも各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化(連続的に減少)していることが分かった。

30

また、図 10 の結果から、実施例 2 の微孔性膜は、該微孔性膜を構成する 3 層の結晶性ポリマー層における孔部の平均孔径が、いずれも各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化(連続的に減少)しており、3 層の結晶性ポリマー層のうちの内部に、孔部の最大平均孔径が最も小さい結晶性ポリマー層を有することが分かった。

また、図 11 の結果から、実施例 3 の微孔性膜は、該微孔性膜を構成する 2 層の結晶性ポリマー層における孔部の平均孔径が、いずれも各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化(連続的に減少)していることが分かった。

また、実施例 1 ~ 3 の各微孔性膜は、非対称加熱面の反対側であるおもて面の平均孔径がうら面の平均孔径よりも大きく、各結晶性ポリマー層が、それぞれ異なる両端開口径を有していることが分かった。

40

これに対し、図 12 ~ 図 14 の結果から、比較例 1 ~ 3 の各微孔性膜は、該微孔性膜を構成する各結晶性ポリマー層における孔部の平均孔径が、各結晶性ポリマー層の厚み方向に変化しておらず(グラフの傾きがゼロ)、おもて面からうら面に向かって孔部の平均孔径が、段階的に変化していることが分かった。

【 0 0 6 0 】

<濾過テスト>

次に、実施例 1 ~ 3 及び比較例 1 ~ 3 の各結晶性ポリマー微孔性膜について、濾過テストを行った。まず、ポリスチレンラテックス(平均粒子サイズ 0.17 μm)を 0.01

50

質量%含有する水溶液を、差圧0.1kgとして濾過を行った。結果を表2に示す。

【0061】

【表2】

	濾過テスト
実施例1	1500ml/cm ²
実施例2	1600ml/cm ²
実施例3	1400ml/cm ²
比較例1	測定不可*
比較例2	500ml/cm ² 未満
比較例3	測定不可*

10

表2の結果から、比較例2は、500ml/cm²で実質的に目詰まりを起こした。また、比較例1及び3は、孔径が大きく微粒子補足が不十分であったため測定不可であった。これに対し、実施例1～3では、それぞれ1500ml/cm²、1600ml/cm²、1400ml/cm²、まで濾過が可能であり、本発明の結晶性ポリマー微孔性膜を用いることにより濾過寿命が大幅に改善されることが分かった。

20

【産業上の利用可能性】

【0062】

本発明の結晶性ポリマー微孔性膜及びこれを用いた濾過用フィルタは、長期間にわたって効率よく微粒子を捕捉することができ、耐熱性及び耐薬品性に優れているため、濾過が必要とされる様々な状況において使用することができ、気体、液体等の精密濾過に好適に用いられ、例えば、腐食性ガス、半導体工業で使用される各種ガス等の濾過、電子工業用洗浄水、医薬用水、医薬製造工程用水、食品水等の濾過、滅菌、高温濾過、反応性薬品の濾過などに幅広く用いることができる。

【図面の簡単な説明】

【0063】

【図1】図1は、本発明に係る2層構造の結晶性ポリマー微孔膜の一例を示す模式図である。

30

【図2】図2は、従来の2層構造の結晶性ポリマー微孔膜の一例を示す模式図である。

【図3】図3は、本発明に係る3層構造の結晶性ポリマー微孔膜の一例を示す模式図である。

【図4】図4は、従来の3層構造の結晶性ポリマー微孔膜の一例を示す模式図である。

【図5】図5は、本発明の結晶性ポリマー微孔膜の製造方法の工程を示す図である。

【図6】図6は、本発明の結晶性ポリマー微孔膜の製造方法の他の工程を示す図である。

【図7】図7は、予備成形体の一例を示す図である。

【図8】図8は、本発明の結晶性ポリマー微孔膜の製造方法の他の工程を示す図である。

40

【図9】図9は、実施例1における孔部の平均孔径と表面からの距離との関係を示すグラフである。

【図10】図10は、実施例2における孔部の平均孔径と表面からの距離との関係を示すグラフである。

【図11】図11は、実施例3における孔部の平均孔径と表面からの距離との関係を示すグラフである。

【図12】図12は、比較例1における孔部の平均孔径と表面からの距離との関係を示すグラフである。

【図13】図13は、比較例2における孔部の平均孔径と表面からの距離との関係を示すグラフである。

50

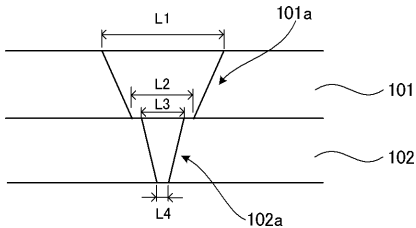
【図14】図14は、比較例3における孔部の平均孔径と表面からの距離との関係を示すグラフである。

【符号の説明】

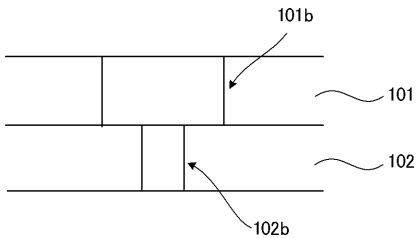
【0064】

- 4 第1層
- 5 第2層
- 8 下金型
- 10 予備成形体
- 15 複層ポリテトラフルオロエチレン未加熱フィルム(積層体)
- 101、102、103 結晶性ポリマー層
- 101a、102a、103a 孔部
- 101b、102b、103b 孔部

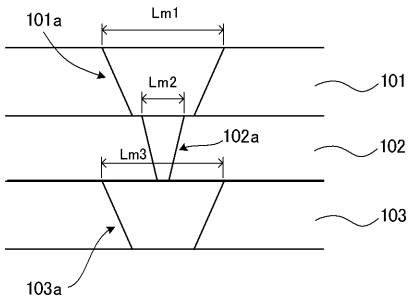
【図1】



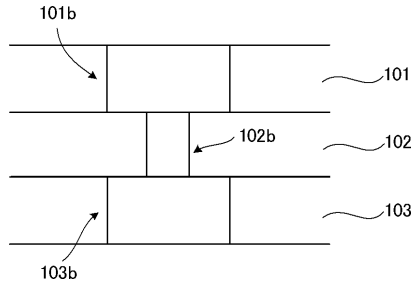
【図2】



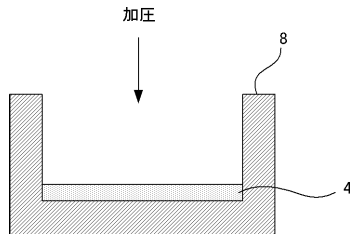
【図3】



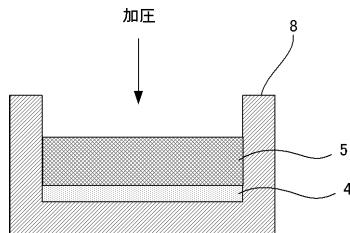
【図4】



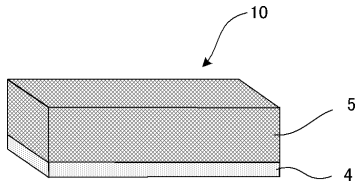
【図5】



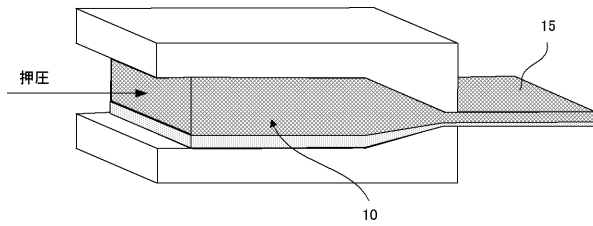
【図6】



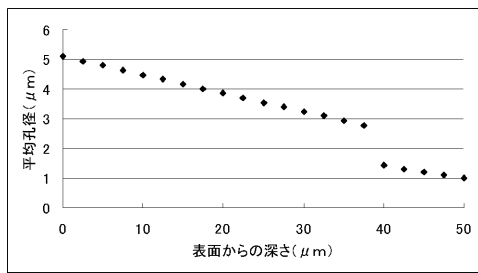
【図7】



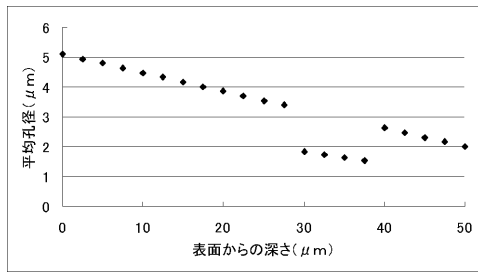
【図8】



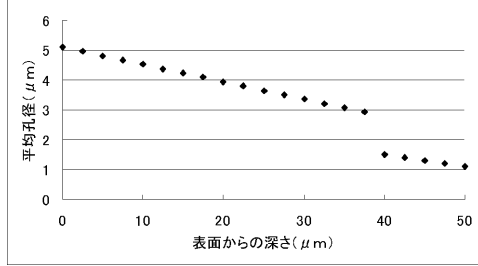
【図9】



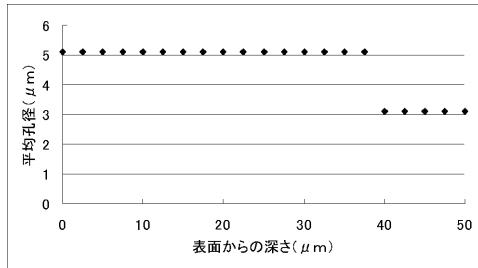
【図10】



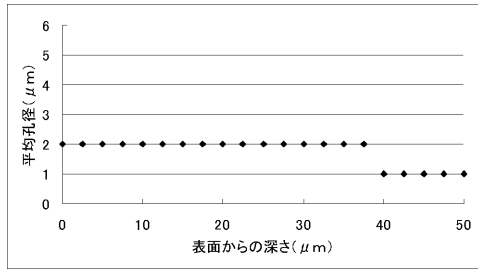
【図11】



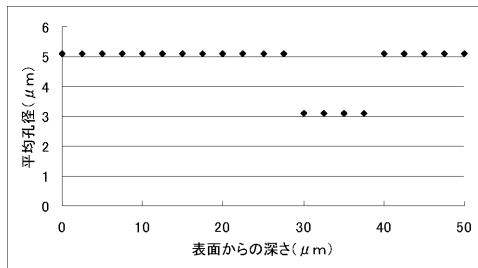
【図12】



【図13】



【図14】



フロントページの続き

(72)発明者 岡田 英孝

東京都港区西麻布2丁目26番30号 富士フィルム株式会社内

審査官 齊藤 光子

(56)参考文献 特開2003-297330(JP,A)

特開平01-502166(JP,A)

特開平02-043925(JP,A)

特開平09-225273(JP,A)

特開2000-061276(JP,A)

特開2004-512164(JP,A)

特開昭61-171505(JP,A)

特開昭52-132078(JP,A)

特開2003-176374(JP,A)

特開2009-66552(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B01D61/00-71/82

C08J9/26