

明 細 書

発明の名称：セラミックフィルターの洗浄方法

技術分野

[0001] 本発明は、セラミックフィルターの洗浄方法に関する。更に詳しくは、セラミックフィルターの洗浄に必要な作業時間を短縮し得るセラミックフィルターの洗浄方法に関する。

背景技術

[0002] 従来、複数の成分を含有する組成物から所定の成分を選択的に分離するためにセラミックフィルターが用いられている。このセラミックフィルターは、使用により次第に上記組成物中のファウリング物質が蓄積し、分離性能が低下してしまう。そこで、分離性能を回復させるために所定の時期に洗浄処理が行われる。

[0003] 洗浄処理の方法（洗浄方法）としては、洗浄用の液体（例えば有機溶媒）にセラミックフィルターを漬ける方法や、洗浄用の気体や液体（例えば有機溶媒）をセラミックフィルター内に流す方法、いわゆる逆洗による方法などが知られている。具体的には、洗浄前のセラミックフィルターは、ファウリング物質が蓄積して分解性能が低下している。そのため、上記洗浄方法としては、洗浄前のセラミックフィルターの一次側の空間に有機溶媒などの洗浄用媒体を流して洗浄前のセラミックフィルターに付着しているファウリング物質を除去し洗浄する方法（特許文献1、3参照）が知られている。また、上記洗浄方法としては、一次側の空間に乾燥状態の気体を流して洗浄する方法（特許文献2参照）や、二次側の空間から一次側の空間に洗浄用の液体を透過させて洗浄する方法（特許文献4参照）が知られている。更に、上記洗浄方法としては、分離膜の表面に別材料の膜を形成して洗浄する方法（特許文献5参照）なども知られている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特許第3101027号公報

特許文献2：特許第3538513号公報

特許文献3：特開平5-103957号公報

特許文献4：特許第4192205号公報

特許文献5：特開2003-93856号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] しかしながら、特許文献1，3に記載の洗浄方法では、加熱した気体や液体に接触しない部分にあるファウリング物質は分解（または溶解）され難いため、ファウリング物質の除去に時間がかかる。特許文献2に記載の洗浄方法では、一次側の空間に気体を流通させるだけであるため、特許文献1，3に記載の洗浄方法と同様に、ファウリング物質の除去に時間がかかる。特許文献4に記載の洗浄方法は、二次側の空間から一次側の空間に洗浄用溶液を透過させる方法（いわゆる逆先）である。この方法は、サブミクロンレベルの細孔が形成され、選択的に分離される成分及びその他の成分を含む組成物の透過量が多い固-液分離膜の洗浄には有効である。しかし、ナノレベルの細孔が形成され上記組成物の透過量が少ない液-液分離膜やガス-ガス分離膜では、洗浄用溶液により溶出したファウリング物質が二次側の空間に停滞してしまうので、良好に排出されないため洗浄処理に時間がかかる。特許文献5に記載の洗浄方法は、分離膜の表面に別材料の膜を形成する方法である。この方法では、別材料の膜を形成するための手順が増えるので洗浄にコストがかかる。

[0006] 以上のように、セラミックフィルターを洗浄して分離性能を回復させるためには多くの作業時間が必要であるという問題があった。

[0007] 本発明は、このような従来技術の有する問題点に鑑みてなされたものである。その課題とするところは、セラミックフィルターの洗浄に必要な作業時間を短縮し得るセラミックフィルターの洗浄方法を提供する。

課題を解決するための手段

[0008] 本発明によれば、以下に示す、セラミックフィルターの洗浄方法が提供される。

[0009] [1] 洗浄前のセラミックフィルターの一次側の空間に洗浄用媒体を供給しながら、前記洗浄前のセラミックフィルターの二次側の空間を減圧することによって、前記洗浄前のセラミックフィルターに前記洗浄用媒体を通し、前記洗浄前のセラミックフィルターを洗浄するセラミックフィルターの洗浄方法。

[0010] [2] 前記洗浄用媒体の温度が25～450℃である前記[1]に記載のセラミックフィルターの洗浄方法。

[0011] [3] 前記二次側の空間内の圧力を0.03～50kPaとする前記[1]または[2]に記載のセラミックフィルターの洗浄方法。

発明の効果

[0012] 本発明のセラミックフィルターの洗浄方法は、「洗浄前のセラミックフィルターの一次側の空間に洗浄用媒体を供給しながら、洗浄前のセラミックフィルターの二次側の空間を減圧する。このようにすることによって、洗浄前のセラミックフィルターに洗浄用媒体を通し、洗浄前のセラミックフィルターを洗浄する。そのため、本発明のセラミックフィルターの洗浄方法は、セラミックフィルターに付着したファウリング物質を短時間で除去することができる。そのため、セラミックフィルターの洗浄に必要な作業時間を短縮することができる。即ち、短時間でセラミックフィルターの分離性能を回復させることができる。

図面の簡単な説明

[0013] [図1]本発明のセラミックフィルターの洗浄方法の一実施形態で使用される分離器（濾過器）を模式的に示す断面図である。

[図2]図1に示す分離器が備えるセラミックフィルターを模式的に示す斜視図である。

[図3]図2に示すセラミックフィルターのセルが延びる方向に平行な断面を示す模式図である。

発明を実施するための形態

[0014] 以下、本発明の実施の形態について、図面を参照しながら具体的に説明する。本発明は以下の実施の形態に限定されるものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で、当業者の通常の知識に基づいて、以下の実施の形態に対し適宜変更、改良等が加えられたものも本発明の範囲に入ることが理解されるべきである。

[0015] セラミックフィルターの洗浄方法：

本発明のセラミックフィルターの洗浄方法は、洗浄前のセラミックフィルターの一次側の空間に洗浄用媒体を供給しながら、この洗浄前のセラミックフィルターの二次側の空間を減圧する。即ち、二次側の空間内の圧力（絶対圧）を 101.3 kPa 未満とする。本発明のセラミックフィルターの洗浄方法は、このようにすることによって、洗浄前のセラミックフィルターに洗浄用媒体を通し、上記洗浄前のセラミックフィルターを洗浄する方法である。

[0016] このようなセラミックフィルターの洗浄方法によれば、「洗浄前のセラミックフィルターの一次側の空間に洗浄用媒体を供給しながら、洗浄前のセラミックフィルターの二次側の空間を減圧する。このようにすることによって、洗浄前のセラミックフィルターに洗浄用媒体を通し、洗浄前のセラミックフィルターを洗浄することができる。そのため、本発明のセラミックフィルターの洗浄方法によれば、ファウリング物質を短時間で除去することができる。本洗浄方法によれば、洗浄用媒体が一次側の空間から二次側の空間に流入するため、洗浄用媒体が二次側の空間に流入するときにファウリング物質に物理的な力が掛かることに加えて、洗浄用媒体がファウリング物質を化学的に分解し得る。例えば洗浄用媒体がファウリング物質を溶解する。そのため、セラミックフィルター内に存在するファウリング物質を良好に除去することができる。従って、従来の洗浄方法に比べて、セラミックフィルターの洗浄に必要な作業時間が少なくなる。即ち、作業時間を短縮することができる。

- [0017] 「セラミックフィルターの一次側の空間に洗浄用媒体を供給」するとは、セラミックフィルターが有する分離膜の一次側の空間側の面の全部を洗浄用媒体で覆うように、セラミックフィルターの一次側の空間に洗浄用媒体を供給することを意味する。
- [0018] 「一次側の空間」とは、分離膜（セラミックフィルター）により選択的に分離される成分（分離対象）及びこの分離対象以外の成分を含む組成物（以下、「分離前組成物」と記す場合がある）の分離時において分離前組成物が供給されていた空間のことである。「二次側の空間」とは、分離膜によって分離前組成物から分離された成分（即ち、複数の成分を含む分離前組成物から選択的に分離された所定の成分）が流入する空間のことである。
- [0019] 上述したように、洗浄用媒体を一次側の空間から二次側の空間に流入させることができれば、セラミックフィルターを短時間で洗浄して分離性能を回復させることができる。そして、洗浄用媒体を一次側の空間から二次側の空間に流入させるには、一次側の空間内の圧力と二次側の空間内の圧力との間に所定の差（圧力差）を生じさせればよい。
- [0020] ここで、上記圧力差を生じさせるには、二次側の空間を減圧せずに一次側の空間の圧力を高くして上記圧力差を生じさせる方法がある。しかし、この方法では、分離膜が破損したり、一次側の空間内に洗浄用媒体を供給する装置（送液ポンプなど）に過度の負荷がかかり装置を損傷するなどの問題が生じるおそれがある。そのため、二次側の空間を減圧することにより上記圧力差を生じさせることがよい。
- [0021] 図1は、本発明のセラミックフィルターの洗浄方法の一実施形態で 사용되는分離器100を示している。この分離器100は、複数の細孔が形成されたセラミックフィルター10と、このセラミックフィルター10を内蔵し得るケーシング12とから構成されている。なお、分離器100は、浸透気化法により複数の成分を含む分離前組成物から所定の成分を選択的に分離可能な分離器を示している。本発明のセラミックフィルターの洗浄方法は、どのような分離器の洗浄処理にも適用することができる。例えば、分離器10

0のような分離器（浸透気化法により分離するもの）の洗浄処理に好適に採用することができる。

[0022] セラミックフィルター10は、図3に示すように、多孔質支持体8と、この多孔質支持体8のセル6の表面に形成された分離膜14と、を備えている。多孔質支持体8は、多孔質体からなる隔壁4を有し、この隔壁4によって、一方の端面2aから他方の端面2bまで貫通して流体の流路となる複数のセル6が形成されている。セラミックフィルター10は、両端部に、並列する一群のセル6とセラミックフィルター10の外部空間とを連通させる集水スリット16（図2参照）が形成されている。そして、セラミックフィルター10は、集水スリット16に連通するセル6（集水セル7）の両端開口部が目封止部18によって目封止されている。

[0023] ケーシング12は、中空筒状のケーシング本体22と、その上端に装着される上部キャップ24と、下端に装着される底部キャップ26とから構成されている。ケーシング本体22の上端部近傍には、濾液（選択的に分離される成分）を送出し得る濾液送出口22aが形成されている。上部キャップ24の頂部には、原液（分離前組成物）を排出し得る原液排出口24aが形成されている。底部キャップ26の下端部には、セラミックフィルター10に原液を供給し得る原液供給口26aが形成されている。これらの開口部にはフランジが付設され、配管と容易に連結させることが可能な構造となっている。そして、ケーシング本体22と上部キャップ24との間、及び、ケーシング本体22と底部キャップ26との間には、それぞれ、弾性材からなるOリング28が配設されている。ケーシング12は、不透水性で耐食性が高い材質（ステンレスなど）により構成することが好ましい。図1に示す分離器100は、原液排出口24aと原液供給口26aを配管等（図示しない）で連結させ、原液が循環するように構成してもよい。

[0024] 図1は、本発明のセラミックフィルターの洗浄方法の一実施形態で 사용되는分離器100を模式的に示す断面図である。図2は、図1に示す分離器100が備えるセラミックフィルター10を模式的に示す斜視図である。図

3は、図2に示すセラミックフィルターのセルが延びる方向に平行な断面を示す模式図である。

[0025] 分離器100を用いて原液から所定の成分（分離対象A）を分離する場合、分離対象Aは以下のように分離される。まず、原液を底部キャップ26の原液供給口26aからセラミックフィルター10のセル6内に所定の圧力で一次側の空間32に供給すると、供給された原液は、セル6を区画する隔壁4を透過する際に濾過される。その後、濾過された原液は、セラミックフィルター10の外周面3から、セラミックフィルター10の外周面3とケーシング本体22の内周面23との間に形成される二次側の空間34に濾液として流出される。このようにして、セラミックフィルター10は、2種以上の物質を含有する混合物から選択的に所定の物質を分離することができる。このようなセラミックフィルターは、原液から所定の物質を選択的に分離することができるものである。しかしながら、使用により（原液から所定の物質を選択的に分離することにより）セラミックフィルターに原液中の不純物（ファウリング物質）等が堆積するため分離性能が低下する。そのため、洗浄処理によって、堆積した不純物等を除去して分離性能を回復させることが必要になる。

[0026] セラミックフィルターの多孔質支持体は、セラミックからなるものであり、多孔質支持体としては、チューブ状のもの、モノリス状のものを用いることができる。チューブ状の多孔質支持体は、セラミック多孔質体からなる筒状の壁を有し、その壁によって区分された、中心部を貫通する単一のセルが形成された構造のもののことである。モノリス状の多孔質支持体は、セラミック多孔質体からなる格子状の隔壁を有し、その隔壁によって区分された多数のセルが形成されたハニカム構造のもののことである。これらのうち、モノリス状の多孔質支持体は、単位体積当たりの分離面積が大きく処理能力が高いため好ましい。図2、図3に示すセラミックフィルター10の多孔質支持体8は、モノリス状の多孔質支持体の例である。

[0027] 多孔質支持体を構成するセラミックとしては、例えば、アルミナ（ Al_2O_3 ）

3)、チタニア (TiO_2)、ムライト ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$)、ジルコニア (ZrO_2) 等が用いられる。これらの中でも、粒子径が制御された原料を入手し易く、安定なスラリーを形成でき、かつ、耐食性が高いという観点から、アルミナが好ましい。なお、セラミックは、機械的強度や耐久性に優れるため信頼性が高く、耐食性が高いため酸やアルカリ等による洗浄処理の際における劣化が少なく、更に、分離性能を決定する平均細孔径の精密な制御が可能である。

[0028] 多孔質支持体は、複数のセルが形成された基材と、この基材のセルの表面（セルを形成する隔壁の表面）に形成され、基材の平均細孔径よりも小さく分離膜の平均細孔径よりも大きな平均細孔径の細孔が形成された表面層と、を備えているものであってもよい。基材は、多孔質体からなる隔壁を有し、この隔壁によって、一方の端面から他方の端面まで貫通して流体の流路となる複数のセルが形成されたものである。なお、表面層は、1層からなるものであってもよいし、多層からなるものであってもよい。表面層を備えることにより、分離膜を形成する際に、分離膜を形成するためのスラリー中の骨材粒子を表面層でトラップすることができるため、基材の細孔内部にまで骨材粒子が入り込む事態を防止することができる。基材及び表面層は、多孔質支持体と同じ材料（セラミック）とすることができる。

[0029] 多孔質支持体（表面層を有する場合は基材）の平均細孔径は、機械的強度と透過量のバランスを考慮して決定される。通常は、平均細孔径1～数100 μm 程度の多孔質支持体が用いられる。多孔質支持体が表面層を有する場合、表面層の平均細孔径は、基材の平均細孔径よりも小さく分離膜の平均細孔径よりも大きい。具体的には、0.01～10 μm 程度である。多孔質支持体の平均細孔径は、水銀ポロシメータにより測定した値である。表面層の平均細孔径は、ASTM F316に記載のエアフロ法により測定した値である。

[0030] 分離膜は、複数の細孔が形成されており、2種以上の物質を含有する混合物から選択的に所定の物質を分離可能なもの（即ち、固-液分離、液-液分

離、ガスーガス分離が可能なもの）である。本発明においては、このような分離膜である限り特に制限はなく、分離膜としては、例えば、ゼオライト膜、炭素膜、シリカ膜、NF膜（ナノフィルター）などを挙げることができる。ゼオライト膜としては、具体的には、A型、Y型、DDR型、MFI型などのゼオライト膜を挙げることができる。

[0031] 分離膜の平均細孔径は、要求される分離性能により、適宜決定することができる。例えば、精密濾過や限外濾過に用いるセラミックフィルターの場合であれば、0.01～1.0 μm が好ましい。この分離膜の平均細孔径は、ASTM F316に記載のエアフロー法により測定した値である。

[0032] 目封止部は、多孔質支持体と同じ材料とすることができ、平均細孔径が1～数100 μm であることが好ましい。

[0033] セラミックフィルターとしては、多孔質支持体の両端面（セル開口部以外の部分）が、ガラス等の不透水性材料からなる被膜により被覆されたものを用いることができる。この被膜により、分離前組成物と分離膜を透過した成分（分離前組成物から選択的に分離された成分）とが混合してしまうことを防止できる。

[0034] セル形状（流体の流通方向と直交する断面における形状）としては、例えば、円形、四角形、六角形、三角形等を挙げることができる。これらの中でも、均一な膜厚の分離膜を形成できるという観点から円形であることが好ましい。

[0035] セラミックフィルターの形状については、その分離性能を阻害しない限り特に制限はない。全体的な形状としては、例えば、円柱状、四角柱状、三角柱状等を挙げることができる。これらの中でも、押出成形がし易く、焼成変形が少なく、ケーシングとのシールが容易であるという観点から、円柱状が好ましい。円柱状のセラミックフィルターの場合、その寸法は、例えば、外径10～1000 mm、長さ10～10000 mmとすることができる。

[0036] 洗浄用媒体としては、洗浄用の液体及び洗浄用の気体を含むものである。洗浄用の液体としては、例えば、アルコール、ケトン、エーテル、エステル

などの有機溶媒、水、酸、アルカリ、水と上記有機溶媒との混合液などを挙げることができる。また、洗浄用の気体としては、例えば、大気、水蒸気、不活性ガス、酸性ガス、塩基性ガスなどを挙げることができる。

[0037] 洗浄用媒体の温度は、25～450℃であることが好ましく、50～400℃であることが更に好ましい。洗浄用媒体の温度を上記範囲とすることによって、ファウリング物質を加熱分解させることができる。従って、より効果的に（即ち、より短時間で）洗浄処理を行うことができる。ここで「洗浄用媒体の温度」は、セラミックフィルターに供給される際の洗浄用媒体の温度を意味する。

[0038] 洗浄用媒体の温度は、上述したように、25～450℃であることが好ましく、50～400℃であることが更に好ましいが、洗浄用媒体のより好ましい温度は、洗浄用の気体の種類により適宜設定することができる。具体的には、洗浄用の気体として大気を用いる場合、大気（洗浄用の気体）の温度は200～300℃であることが好ましい。また、洗浄用の気体として不活性ガスを用いる場合、不活性ガス（洗浄用の気体）の温度は300℃以上であることが好ましい。

[0039] 更に、洗浄用の気体として200～300℃の大気を用いる場合、二次側の空間内の圧力を0.03～50kPaとすることが好ましい。

[0040] 洗浄用の気体として300℃以上の不活性ガスを用いる場合、二次側の空間内の圧力を0.03～50kPaとすることが好ましい。

[0041] 分離膜として炭素膜を使用している場合、洗浄用媒体として300℃以上の不活性ガスを用いることが好ましい。洗浄用媒体として不活性ガスを用いることによって、洗浄用媒体と炭素膜とが反応してしまうことを防止することができる。

[0042] 分離膜としてシリカ膜またはA型ゼオライト膜を使用している場合、洗浄用媒体として有機溶剤、大気、または不活性ガスを用いることが好ましい。洗浄用媒体として有機溶剤、大気、または不活性ガスを用いることによって、分離膜が洗浄用媒体によって溶解してしまうことを防止することができる。

。

[0043] 洗浄処理時における一次側の空間内の圧力（ゲージ圧）は、 $100 \sim 1000 \text{ kPa}$ であることが好ましく、 $100 \sim 500 \text{ kPa}$ であることが更に好ましく、 $100 \sim 200 \text{ kPa}$ であることが特に好ましい。一次側の空間内の圧力が上記範囲外であると、分離膜が圧力によって破損してしまうおそれがある。即ち、一次側の空間内の圧力を上記範囲とすることにより、分離膜が、圧力によって破損してしまうことを防止できる。

[0044] 一次側の空間に供給される洗浄用媒体の線速は、 $0.01 \sim 1000 \text{ cm/秒}$ であることが好ましく、 $0.1 \sim 1000 \text{ cm/秒}$ であることが更に好ましく、 $1 \sim 1000 \text{ cm/秒}$ であることが特に好ましい。上記線速が上記範囲内であると、ファウリング物質が洗浄用媒体に溶解し易くなるため、洗浄に必要な作業時間を更に短縮することができる。

[0045] 本発明においては、洗浄前のセラミックフィルターの二次側の空間を減圧することによって、洗浄処理時に洗浄用媒体が一次側の空間から二次側の空間に流入する限り、減圧の程度は特に制限はなく、適宜設定することができる。二次側の空間内の圧力を $0.03 \sim 50 \text{ kPa}$ とすることが好ましく、 $0.1 \sim 10 \text{ kPa}$ とすることが更に好ましく、 $0.1 \sim 1 \text{ kPa}$ とすることが特に好ましい。このように二次側の空間内の圧力を上記範囲とすることによって、ファウリング物質の除去速度が速くなる。即ち、ファウリング物質が洗浄用媒体に溶解し易くなるため、洗浄に必要な作業時間を更に短縮することができる。

[0046] 二次側の空間を減圧する方法としては、従来公知の方法を適宜採用することができる。例えば、真空ポンプなどを用いる方法を挙げることができる。

[0047] 本発明のセラミックフィルターの洗浄方法においては、洗浄用の液体または洗浄用の気体を用いて洗浄処理を行ってもよいし、これらを組み合わせてもよい。即ち、洗浄用の液体を用いて洗浄処理を行った後、洗浄用の気体を用いて洗浄処理を行ってもよいし、洗浄用の気体を用いて洗浄処理を行った後、洗浄用の液体を用いて洗浄処理を行ってもよい。更には、第1の洗浄用

の液体（または第1の洗浄用の気体）を用いて洗浄処理を行った後、第2の洗浄用の液体（または第2の洗浄用の気体）を用いて洗浄処理を行ってもよい。例えば、第1の洗浄用の液体としてエタノールなどの有機溶媒を用いて洗浄処理を行った後（ファウリング物質を溶解させた後）、第2の洗浄用の液体として水を用いて洗浄処理を行ってもよい。

実施例

[0048] 以下、本発明を実施例に基づいて具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

[0049] （実施例1）

円柱状（直径3 cm、長さ16 cm）でモノリス状（セルの直径2.5 mm）の多孔質の基材（アルミナ製）の複数のセルの表面に、アルミナ粒子からなる多孔質の表面層（平均細孔径0.1 μ m）を形成してモノリス状の多孔質支持体を作製した。

[0050] 作製したモノリス状の多孔質支持体の複数のセルの表面（即ち、表面層の表面）に、水熱合成法によりA型ゼオライト膜（膜厚5 μ m）を形成してセラミックフィルターを得た。

[0051] 得られたセラミックフィルターを用いて、分離対象（分離前組成物）について浸透気化分離を行った。分離対象としては、水（分離対象A）とイソプロピルアルコール（IPA）（分離対象B）との混合物（不純物として0.1%の切削油を含む）を用いた。浸透気化分離条件としては、70℃、5 kPaの条件とし、水（分離対象A）の透過係数が分離開始直後の60%に低下するまで浸透気化分離を行った。その後、浸透気化分離後（洗浄前）のセラミックフィルター（即ち、透過係数が分離開始直後の60%に低下したセラミックフィルター）について洗浄処理を行った。

[0052] 洗浄処理は、セラミックフィルターの一次側の空間に、350℃に加熱した大気を線速（一次側線速）20 cm/秒で供給しながら、二次側の空間を減圧し（二次側の空間内の圧力を5 kPaとし）、一次側の空間の大気を二次側の空間に流入させて行った。洗浄処理時間は1時間とした。

[0053] 洗浄処理の結果、洗浄処理後の水（分離対象 A）の透過係数は、 $5200 \text{ nmol} / \text{Pa} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}$ であり、回復率は100%であった。

[0054] 表1中、「分離対象（A／B）」はAとBとの混合物について分離を行ったことを示す。なお、「分離対象（A／B）」欄中、例えば「水／IPA＝10／90」とは、混合比（質量部）が10：90の水（分離対象 A）とイソプロピルアルコール（分離対象 B）との混合物を用いたことを示す。なお、「切削油」は出光興産社製の「ダフニーマーグプラス LA30」である。

「試験条件」は、分離（浸透気化分離、ガス分離）の条件を示す。「分離対象 A の透過係数」欄の「試験前」は、分離（浸透気化分離、ガス分離）開始直後の、セラミックフィルターにおける分離対象 A の透過係数を示す。「分離対象 A の透過係数」欄の「試験後」は、透過係数が分離（浸透気化分離、ガス分離）開始直後の60%に低下するまで分離を行った後の、セラミックフィルターにおける分離対象 A の透過係数を示す。「一次側」は、セラミックフィルターの一次側の空間に供給した洗浄用媒体を示す。「一次側線速」は、セラミックフィルターの一次側の空間に供給した洗浄用媒体の線速（ $\text{cm} / \text{秒}$ ）を示す。「二次側」は、洗浄処理における二次側の空間の圧力を示す。「減圧」は洗浄処理において二次側の空間を減圧していることを示す（括弧内は二次側の空間内の圧力を示す）。「温度」は洗浄処理を行った際の洗浄用媒体の温度を示す。「時間」は洗浄処理を行った時間を示す。

[0055]

[表1]

	分離膜	劣化した膜の作製			洗浄処理						洗浄処理後の 分離対象Aの 透過係数 (nmol/Pa・m ² ・s)	回復率 (%)
		分離対象(A/B) ()内は添加不純物濃度	試験条件	分離対象Aの 透過係数 (nmol/Pa・m ² ・s)	洗浄処理条件							
					試験前	試験後	一次側	一次側線速 (cm/秒)	二次側	温度 (°C)		
実施例1	A型ゼオライト膜	水/IPA=10/90 (切削油0.1%)	70°C-5kPa	5200	3120	大気	20	減圧(5kPa)	350	1	5200	100
実施例2	DDR型ゼオライト膜	H ₂ /CH ₄ =50/50 (水蒸気0.1%)	25°C-0.1MPa	100	60	大気	200	減圧(10kPa)	350	1	98	95
実施例3	炭素膜	水/IPA=10/90 (切削油0.1%)	70°C-5kPa	4000	2400	窒素	200	減圧(10kPa)	400	1	4000	100
実施例4	炭素膜	水/酢酸エチル=3/97 (酢酸0.1%)	70°C-5kPa	6000	3600	水蒸気	20	減圧(1kPa)	200	3	5900	96
実施例5	炭素膜	メタノール/7セトン=10/90	50°C-1kPa	1700	1000	水	200	減圧(50kPa)	100	1	1700	100
実施例6	シリカ膜	水/IPA=10/90 (切削油0.1%)	70°C-5kPa	4200	2500	エタノール	20	減圧(1kPa)	130	1	4200	100
実施例7	シリカ膜	水/THF=10/90	50°C-1kPa	3600	2100	7セトン	2	減圧(0.1kPa)	25	3	3500	93
実施例8	シリカ膜	水/THF=10/90	50°C-1kPa	3600	2100	7セトン	2	減圧(0.1kPa)	25	1	3400	87
実施例9	シリカ膜	水/THF=10/90	50°C-1kPa	3600	2100	7セトン	2	減圧(0.1kPa)	23	1	3100	67
実施例10	A型ゼオライト膜	水/IPA=10/90 (切削油0.1%)	70°C-5kPa	5200	3120	大気	20	減圧(5kPa)	420	1	5200	100
実施例11	A型ゼオライト膜	水/IPA=10/90 (切削油0.1%)	70°C-5kPa	5200	3120	大気	20	減圧(5kPa)	450	1	4600	71
実施例12	A型ゼオライト膜	水/IPA=10/90 (切削油0.1%)	70°C-5kPa	5200	3120	大気	20	減圧(0.07kPa)	350	1	5200	100
実施例13	A型ゼオライト膜	水/IPA=10/90 (切削油0.1%)	70°C-5kPa	5200	3120	大気	20	減圧(0.03kPa)	350	1	4600	71
比較例1	シリカ膜	水/IPA=10/90 (切削油0.1%)	70°C-5kPa	4200	2500	エタノール	20	常圧(101.3kPa)	130	10	3200	41
比較例2	シリカ膜	水/IPA=10/90 (切削油0.1%)	70°C-5kPa	4200	2500	エタノール	20	常圧(101.3kPa)	130	100	4200	100

IPA: イソプロピルアルコール

H₂: 水素CH₄: メタン

THF: テトラヒドロフラン

[0056] [回復率 (%)]

回復率は、式：回復率＝（洗浄処理後の透過係数－試験後の透過係数）÷（試験前の透過係数－試験後の透過係数）×１００から算出した。上記式中、「洗浄処理後の透過係数」は、洗浄処理後の分離対象Ａの透過係数のことである（表１中、「洗浄処理後の分離対象Ａの透過係数」と記す）。「試験後の透過係数」は、透過係数が分離開始直後の６０％に低下するまで分離を行った後の、セラミックフィルターにおける分離対象Ａの透過係数のことである（表１中、「分離対象Ａの透過係数」の「試験後」欄に記す）。「試験前の透過係数」は、分離開始直後の、セラミックフィルターにおける分離対象Ａの透過係数のことである（表１中、「分離対象Ａの透過係数」の「試験前」欄に記す）。

[0057] （実施例２～１３、比較例１，２）

実施例２～１３、比較例１，２では、実施例１で作製したモノリス状多孔質支持体と同様のモノリス状多孔質支持体を用いた。そして、このモノリス状多孔質支持体のセルの表面に、表１に示す各分離膜（ＤＤＲ型ゼオライト膜（膜厚５μｍ）、炭素膜（膜厚１μｍ）、シリカ膜（膜厚１μｍ）、または、Ａ型ゼオライト膜（膜厚５μｍ））を形成してセラミックフィルターを作製した。作製したセラミックフィルターを使用し、表１に示す混合物（分離対象）について表１に示す試験条件で分離を行った後、表１に示す条件で洗浄処理を行った。以上のようにしたこと以外は、実施例１と同様にして、洗浄処理を行い、洗浄処理後の水（分離対象Ａ）の透過係数を求めて、回復率（％）を算出した。結果を表１に示す。

[0058] なお、実施例２のＤＤＲ型ゼオライト膜は、水熱合成法により作製した。

[0059] 実施例３～５の炭素膜は、前駆体となる高分子溶液をディップ成膜した後、還元雰囲気中で炭化することにより作製した。

[0060] 実施例６～９、比較例１，２のシリカ膜は、前駆体となるＴＥＯＳ（オルトケイ酸エチル）溶液をディップ成膜した後、大気雰囲気中で焼成することにより作製した。

[0061] 実施例 1～4, 6, 10～13、比較例 1, 2 においては、洗浄用媒体は気体であり、実施例 5, 7～9 においては、洗浄用媒体は液体である。

[0062] 表 1 から明らかなように、実施例 1～13 のセラミックフィルターの洗浄方法は、比較例 1, 2 のセラミックフィルターの洗浄方法に比べて、セラミックフィルターの洗浄に必要な作業時間を短縮し得ることが確認できた。即ち、セラミックフィルターの二次側の空間を減圧して洗浄処理を行った場合、洗浄処理時間が短くても十分な洗浄効果が得られた。一方、比較例 1, 2 においては長時間の洗浄処理が必要であった。

[0063] 比較例 2 では、回復率が 100% であるが、洗浄処理を 100 時間行っている。そのため、比較例 2 では、非常に長時間の洗浄処理が必要であることが分かる。

産業上の利用可能性

[0064] 本発明のセラミックフィルターの洗浄方法は、セラミックフィルターを好適に洗浄することができる。

符号の説明

[0065] 2a：一方の端面、2b：他方の端面、3：外周面、4：隔壁、6：セル、7：集水セル、8：多孔質支持体、10：セラミックフィルター、12：ケーシング、14：分離膜、16：集水スリット、18：目封止部、22：ケーシング本体、22a：濾液送出口、23：内周面、24：上部キャップ、24a：原液排出口、26：底部キャップ、26a：原液供給口、28：オーリング、32：一次側の空間、34：二次側の空間、100：分離器。

請求の範囲

- [請求項1] 洗淨前のセラミックフィルターの一次側の空間に洗淨用媒体を供給しながら、前記洗淨前のセラミックフィルターの二次側の空間を減圧することによって、前記洗淨前のセラミックフィルターに前記洗淨用媒体を通し、前記洗淨前のセラミックフィルターを洗淨するセラミックフィルターの洗淨方法。
- [請求項2] 前記洗淨用媒体の温度が25～450℃である請求項1に記載のセラミックフィルターの洗淨方法。
- [請求項3] 前記二次側の空間内の圧力を0.03～50kPaとする請求項1または2に記載のセラミックフィルターの洗淨方法。