

明 細 書

発明の名称： 溶媒抽出法に用いるコアレッサーフィルター

技術分野

[0001] 本発明は、二次電池に含まれる金属を回収するための溶媒抽出法に用いるコアレッサーフィルターに関する。

背景技術

[0002] 溶媒抽出法とは、金属の湿式精錬法の一般的な手法であり、金属イオンを含む酸性水溶液と該金属ごとに特有の抽出剤及び／又は希釈溶媒とを混合し、その後、ミキサーセトラ（静置分離）等で粗分離して金属イオン抽出液を得て、その後、該抽出液と酸性度の高い別の酸性水溶液とを混合して金属イオンを逆抽出し、その後、ミキサーセトラ等で粗分離して金属イオン逆抽出液を得て、粗分離された該逆抽出液を、電気分解や結晶化などの方法により、該金属を回収する方法である（例えば、以下の特許文献 1 を参照のこと）。

[0003] しかしながら、リチウムイオン電池からの特定金属（コバルト、ニッケル等）の回収においては、分離効率が不十分であり、回収金属の純度が満足するものではないため、安定して良好な分離効率が得られる方法が求められている。また、回収金属を、金属単体ではなく、リチウムイオン電池の原料として回収する場合には、電池性能の安定化のために不純物濃度が規定されており、溶媒抽出法での分離効率を高めることが重要となる。

[0004] 以下の特許文献 2 には、溶媒抽出工程で用いられる有機溶媒を効率よく回収できる、コアレッサーフィルターを備えた油水分離装置が開示されているが、リチウムイオン二次電池などの二次電池から特定金属を効率よく回収することができる分離効率（分離性能と生産性）の高いコアレッサーフィルターは未だ知られていない。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開2016-194105号公報

特許文献2：特開2014-124539号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 前記した従来技術に鑑み、本発明が解決しようとする課題は、二次電池から金属を回収するための溶媒抽出法に用いることができる、分離効率（分離性能と生産性）の高いコアレッサーフィルターを提供することである。

課題を解決するための手段

[0007] 前記課題を解決すべく、本願発明者らは鋭意検討し実験を重ねた結果、特定の平均開孔径を有する2種の濾材を含むコアレッサーフィルターが、二次電池から金属を回収するための溶媒抽出法において、高効率に油水分離ができることを予想外に見出し、本発明を完成させたものである。

[0008] すなわち、本発明は以下のとおりのものである。

[1]

二次電池に含まれる金属を回収するための溶媒抽出法に用いられる、コアレッサーフィルターであって、

前記コアレッサーフィルターは、第一濾材及び第二濾材を備え、

第一濾材の平均開孔径が $0.8\mu\text{m}$ 以上 $8\mu\text{m}$ 以下であり、

第二濾材の平均開孔径が $9\mu\text{m}$ 以上 $100\mu\text{m}$ 以下である、

コアレッサーフィルター。

[2]

前記第二濾材が、

前記平均開孔径が $9\mu\text{m}$ 以上 $50\mu\text{m}$ 以下、平均繊維径が $3\mu\text{m}$ 以上 $40\mu\text{m}$ 以下、目付が $30\text{g}/\text{m}^2$ 以上 $350\text{g}/\text{m}^2$ 以下、空隙率が70%以上100%未満の不織布を含む、項目1に記載のコアレッサーフィルター。

[3]

前記不織布の表面張力が $40\text{dyne}/\text{cm}$ 以上 $55\text{dyne}/\text{cm}$ 以下である、項目2に記載のコアレッサーフィルター。

[4]

前記第二濾材が、

メッシュを含む、項目1に記載のコアレッサフィルター。

[5]

前記メッシュの表面張力が 35 dyne/cm 以上 55 dyne/cm 以下である、項目4に記載のコアレッサフィルター。

[6]

前記第一濾材が、

平均繊維径が $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $3\text{ }\mu\text{m}$ 以下、目付が 50 g/m^2 以上 250 g/m^2 以下、空隙率が60%以上100%未満、表面張力が 60 dyne/cm 以上 80 dyne/cm 以下の不織布を含む、項目1～5のいずれか1項に記載のコアレッサフィルター。

[7]

前記第一濾材が、

平均繊維径が $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $3\text{ }\mu\text{m}$ 以下、目付が 150 g/m^2 以上 200 g/m^2 、空隙率が60%以上100%未満、表面張力が 35 dyne/cm 以上 55 dyne/cm 以下の不織布を含む、項目1～6のいずれか1項に記載のコアレッサフィルター。

[8]

前記第一濾材及び／又は第二濾材を構成する繊維成分の90質量%以上が、ポリエステル、ポリプロピレン、ポリエチレン及びガラスから成る群から選ばれる1種以上である、項目1～7のいずれか1項に記載のコアレッサフィルター。

[9]

二次電池から金属を回収するための溶媒抽出法における、酸性水溶液と抽出剤及び／又は希釈有機溶媒との混合溶液による金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液が流入する内部流路を備える本体部と、

前記本体部内において前記内部流路を囲むように液上流側から配される、

第一濾材及び第二濾材と、を備え、

第一濾材の平均開孔径が $0.8\mu\text{m}$ 以上 $8\mu\text{m}$ 以下であり、

第二濾材の平均開孔径が $9\mu\text{m}$ 以上 $100\mu\text{m}$ 以下である、コアレッサーカートリッジ。

[10]

二次電池から金属を回収するための溶媒抽出法における、酸性水溶液と抽出剤及び／又は希釈有機溶媒との混合溶液による金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液の油水分離方法であって、以下の工程：

該抽出液及び／又は逆抽出液を有機層と水層とに粗分離する工程；及び

得られた粗分離された有機層及び／又は水層を項目1～8のいずれか1項に記載のコアレッサーフィルターで処理する工程；

を含む油水分離方法。

[11]

前記金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液が、所定の平均開孔径を有する第一濾材から、前記第一濾材よりも平均開孔径が大きい第二濾材の順に流れるように前記コアレッサーフィルターが配置されている、項目10に記載の油水分離方法。

[12]

前記第一濾材が、

平均繊維径が $1\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下、目付が $50\text{g}/\text{m}^2$ 以上 $250\text{g}/\text{m}^2$ 以下、空隙率が60%以上100%未満、表面張力が $60\text{dyne}/\text{cm}$ 以上 $80\text{dyne}/\text{cm}$ 以下の不織布を含み、

前記溶媒抽出法に用いる金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液の主成分が、酸性水溶液に由来する成分である、項目11に記載の油水分離方法。

[13]

前記第一濾材が、

平均繊維径が $1\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下、目付が $150\text{g}/\text{m}^2$ 以上 $200\text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率が60%以上100%未満、表面張力が $35\text{dyne}/\text{cm}$ 以上

55 d y n e / c m以下の不織布を含み、

前記溶媒抽出法に用いる金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液の主成分が、抽出剤に由来する成分、及び／又は希釈溶媒に由来する成分である、項目11に記載の油水分離方法。

[14]

前記二次電池がリチウムイオン二次電池である、項目10～13のいずれか1項に記載の油水分離方法。

発明の効果

[0009] 本発明に係るコアレッサーフィルターは、二次電池から金属を回収するための溶媒抽出法に用いた際に、分離効率（分離性能と生産性）に優れるものである。

発明を実施するための形態

[0010] 以下、本発明の実施形態を詳細に説明する。

本実施形態のコアレッサーフィルターは、二次電池に含まれる金属を回収するための溶媒抽出法に用いられる、コアレッサーフィルターであって、平均開孔径が異なる複数の濾材を備える。平均開孔径が異なる複数の濾材は、第一濾材（本明細書において「濾材A」とも称する。）及び第二濾材（本明細書において「濾材B」とも称する。）を含む。

[0011] 本実施形態のコアレッサーフィルターは、酸性水溶液と抽出剤及び／又は希釈溶媒の混合溶液による金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液を油水分離するために使用可能である。ここで、本発明者らは、コアレッサーフィルターに関し、微小液滴（水中に微小に分散した遊離油滴、又は油中に微小に分散した遊離水滴）を捕捉し粗大化させる機能と、捕捉した微小液滴の粗大化を更に促進させる機能と、に区別して着目した。すなわち、本実施形態のコアレッサーフィルターでは、濾材Aが、金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液に含まれる微小液滴を捕捉し粗大化させる機能を主に有し、濾材Bが、濾材Aが捕捉した微小液滴の粗大化を更に促進させる機能を主に有する。微小液滴を捕捉し粗大化させる観点からは、比較的小さい平均開孔径が好ましい

が、微小液滴の粗大化を更に促進させる観点からは、比較的大きい平均開孔径が好ましい。上記で区別して着目された機能は、好ましい平均開孔径の傾向が互いに相反し、濾材A及び濾材Bにはそれぞれ、上記で区別して着目された機能に応じた、異なる平均開孔径が求められる。本実施形態によれば、互いに異なる平均開孔径を有する、すなわち、互いに異なる機能を有する複数の濾材を組み合わせることで、分離効率（分離性能と生産性）の向上を図ることができる。

[0012] 本実施形態のコアレッサフィルターは、酸性水溶液と抽出剤及び／又は希釈溶媒の混合溶液による金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液を油水分離するために使用可能である。本実施形態のコアレッサフィルターを用いるところの、二次電池から金属を回収するための溶媒抽出法においては、まず、二次電池を焼却、破碎した後の粉体を、酸性水溶液と抽出剤及び／又は希釈溶媒の混合溶液で処理して金属イオン抽出液を得る。ここで、「酸性水溶液」は、特に制限はなく、二次電池に含まれる金属に応じて適宜選択されるが、例えば、硫酸、塩酸等の水溶液が挙げられる。

また、「抽出剤及び／又は希釈溶媒」も、特に制限はなく、二次電池に含まれる金属に応じて適宜選択されるが、例えば、抽出剤としては2-エチルヘキシルホスホン酸モノ-2-エチルヘキシルエステル系抽出剤、酸性リン酸エステル系抽出剤などが、希釈溶媒としてはアルキルベンゼン系希釈剤などが挙げられる。

[0013] 例えば、リチウムイオン二次電池のリサイクル方法としては、使用済み電池を焼却、破碎して選別した後に酸浸出を行い、それにより得られた浸出液から溶媒抽出によってそれぞれの金属を抽出分離する方法があるが、酸浸出させるリチウムイオン二次電池に、正極を構成する金属のみならず、銅、鉄及びアルミニウムが含まれていると、酸浸出によって銅、鉄及びアルミニウムも浸出され、目的回収物であるニッケル、コバルト等の品質を低下させるため、リチウムイオン二次電池を酸浸出した浸出液中に銅、鉄及びアルミニウムが含まれている場合は、それらの除去が必要となる。

[0014] 上記酸浸出によって得られる金属混合水溶液は、特に制限はないが、典型的には、正極活物質を含むリチウムイオン二次電池、ニカド電池、ニッケルめっき廃液等を含む廃材を硫酸等で酸浸出して得られた浸出後液であることができる。より詳細には、正極活物質メーカーから出てくる廃正極活物質、電池メーカーから出てくる正極活物質（場合によっては負極活物質及び溶剤（P V D FやN M P）が混練されている）を焼却・乾燥したもの、アルミニウム箔等の集電体にバインダーを介して正極活物質が接着された正極材、正極材から正極活物質を分離したもの、一般に電池滓や電池破碎粉と呼ばれる電池そのものを焼却・破碎・篩別などして正極活物質を分離したようなものを硫酸等で酸浸出して得られた浸出後液であることができる。

本明細書中、用語「金属イオン抽出液」とは、廃リチウムイオン二次電池の破碎物から浸出させた金属イオンを含む酸性水溶液と、抽出剤及び／又は希釈溶媒の混合溶液を混合し、金属イオンを有機層（抽出剤及び／又は希釈溶媒の混合溶液）に移し（一般的に抽出という）た後、分離し得られる金属（コバルト、マンガン、リチウムなど）イオンを含む有機層をいう。

また、本明細書中、用語「金属イオン逆抽出液」とは、上述の金属イオン抽出液と酸性度の高い別の酸性水溶液とを混合し、金属イオンを酸性水溶液に移し（一般的に逆抽出という）た後、分離し得られる金属（コバルト、マンガン、リチウムなど）イオンを含む酸性水溶液をいう。

[0015] 本実施形態の油水分離方法は、コアレッサーフィルターを用いた分離の前段として粗分離を行う工程を含む。粗分離方法としては特に制限はないが、静置分離が好ましい。静置分離としては、ミキサーセトラ型やロータリーディスクカラム型、パルスカラム型等の分離方法を用いることができるが、分離効率の観点から特にミキサーセトラ型が好ましい。また、粗分離は一段である必要はなく、多段としてもよい。

[0016] 本実施形態の油水分離方法は、粗分離の後に得られた有機層及び／又は水層をコアレッサーフィルターで処理する工程を含むことを特徴とする。コアレッサーフィルターは、油（有機溶媒）中に微小に分散した遊離水滴を粗大

化させて分離する、又は、水中に微小に分散した遊離油滴を粗大化させて分離する。

[0017] 本実施形態のコアレッサフィルターは、油水分離装置における、ケーシング内に配される。一態様において、ケーシングは、上下の半体を組み付けることにより構成され、組付状態において、上下に延びる円筒状に成形されるとともに、内部に閉じた空間（内部空間）が形成される。また、一態様において、ケーシングには、内部空間を上下（上方内部空間及び下方内部空間）に区画する仕切壁が設けられており、この仕切壁には、上下に貫通する開口が形成され、かかる開口に、上方内部空間側に延びる垂直管の一端側が接続している。更に、一態様において、該垂直管の他端側に、コアレッサーカートリッジが配され、このコアレッサーカートリッジの内部に、本実施形態のコアレッサフィルターが配される。ケーシング内に、一つのコアレッサカートリッジが配されてもよく、複数のコアレッサーカートリッジが配されてもよい。

本実施形態の油水分離方法では、ケーシングにおける溶液流入口から流入する金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液が、上記開口及び上記垂直管を通じてコアレッサーカートリッジに導かれ、コアレッサーフィルターを通過し、その後、ケーシングにおける溶液流出口から流出する。

コアレッサーフィルターの形状は、処理流量を上げる為、カートリッジ化したものが好ましい。かかるカートリッジは、例えば、金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液が流入する内部流路を備える本体部と、本体部内において内部流路を囲むように液上流側から配される濾材A及び濾材Bと、を備える。本体部の一端側は、ケーシングにおける上記垂直管に着脱可能に接続され、本体部の他端側は蓋されている。垂直管からの溶液は、本体部における上下方向に延びる内部流路に導かれ、その後、内部流路を囲むように配される濾材A及び濾材Bを通過し、その過程で油水分離が行われる。カートリッジは、濾材Aよりも上流側、濾材A及び濾材Bの間、濾材Bよりも下流側に、他の部材（濾材、補強材等）を備えてよい。カートリッジにおいて、特に濾

材 A を円筒状にプリーツ層を形成し、表面積を大きくしたものが好ましい。濾材 A の重ね合わせの枚数は、何ら限定されるものではないが、実用的には、2 ～ 8 枚程度である。また、重ね合わせ方法も何ら限定されるものではないが、例えば、コアレスサーフィルターに液の来る側から順に、補強と夾雑物除去をかねた不織布、濾材 A、補強とスペーサーを兼ねたメッシュの順に重ね合わせてプリーツ化すると、コアレスサーフィルターの耐圧強度の増大、夾雑物に対する耐久性の増大、プリーツ化によるフィルター有効面積の減少をおさえる等の効果が同時に得られて好ましい。また、補強と夾雑物除去を兼ねた不織布もプリーツ化されているので、1 本のカートリッジ内で多くの有効面積を取り、高い耐久性を得ることができる。また、コアレスサーフィルター形状における濾材 B の位置は、濾材 A の後段であれば特に限定されるものではなく、例えば、濾材 A とともにプリーツ層を形成させる、プリーツ層の外側に 1 周又は複数周巻きつける、といった形状が挙げられる。

[0018] 濾材 A の平均開孔径は、分離性と生産性の観点から、 $0.8 \mu\text{m}$ 以上 $8 \mu\text{m}$ 以下であり、好ましくは $1 \mu\text{m}$ 以上 $5 \mu\text{m}$ 以下であり、より好ましくは $2 \mu\text{m}$ 以上 $3 \mu\text{m}$ 以下である。平均開孔径が $0.8 \mu\text{m}$ より小さい場合、異物により早期に閉塞してしまい、濾材の寿命低下速度が早まってしまう。この場合、コアレスサーフィルターの交換頻度が増えてしまうため、生産性が悪化してしまう。また平均開孔径が $8 \mu\text{m}$ より大きい場合、液滴（水滴又は油滴）を捕捉することができず、分離性が悪化してしまう。

[0019] コアレスサーフィルターで金属イオン逆抽出液中に存在する抽出剤及び／又は希釈溶媒の油滴を分離する場合、濾材 A は、分離性と生産性の観点から、平均繊維径が $1 \mu\text{m}$ 以上 $3 \mu\text{m}$ 以下の不織布であることが好ましい。また、捕捉した油滴の粗大化を促進させるため、濾材 A は、目付が 50 g/m^2 以上 250 g/m^2 以下が好ましく、 150 g/m^2 以上 200 g/m^2 以下がより好ましく、空隙率が 60 % 以上 100 % 未満の不織布であることが好ましい。同様の理由で、濾材 A は、表面張力が 60 dyne/cm 以上 80 dyne/cm 以下の不織布であることが好ましい。なお、濾材 A の目付とは、

濾材 A が単層の不織布である場合はその単層の目付をいい、濾材 A が複数の不織布を積層したものである場合は積層したものの目付をいう。

一態様において、本実施形態は、濾材 A が、平均繊維径が $1\ \mu\text{m}$ 以上 $3\ \mu\text{m}$ 以下、目付が $50\ \text{g}/\text{m}^2$ 以上 $250\ \text{g}/\text{m}^2$ 以下、空隙率が 60% 以上 100% 未満、表面張力が $60\ \text{dyne}/\text{cm}$ 以上 $80\ \text{dyne}/\text{cm}$ 以下の不織布を含み、溶媒抽出法に用いる金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液の主成分が、酸性水溶液に由来する成分である。上記態様のコアレスサーフィルターは、該主成分が酸性水溶液に由来する成分である溶媒抽出法の用途に好適である。なお、「主成分」とは、金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液の総量に対して、 70% 質量%以上、 80% 質量%以上、又は 90% 質量%以上含むことを言う。

[0020] コアレッサフィルターで金属イオン抽出液中に存在する酸性水溶液の水滴を分離する場合、濾材 A は、分離性と生産性の観点から、平均繊維径が $1\ \mu\text{m}$ 以上 $3\ \mu\text{m}$ 以下の不織布であることが好ましい。また、捕捉した水滴の粗大化を促進させるため、濾材 A は、目付が $150\ \text{g}/\text{m}^2$ 以上 $200\ \text{g}/\text{m}^2$ 以下であり、空隙率が 60% 以上 100% 未満の不織布であることが好ましい。同様の理由で、濾材 A は、表面張力が $35\ \text{dyne}/\text{cm}$ 以上 $55\ \text{dyne}/\text{cm}$ 以下の不織布であることが好ましい。

一態様において、本実施形態は、濾材 A が、平均繊維径が $1\ \mu\text{m}$ 以上 $3\ \mu\text{m}$ 以下、目付が $150\ \text{g}/\text{m}^2$ 以上 $200\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率が 60% 以上 100% 未満、表面張力が $35\ \text{dyne}/\text{cm}$ 以上 $55\ \text{dyne}/\text{cm}$ 以下の不織布を含み、溶媒抽出法に用いる金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液の主成分が、抽出剤に由来する成分、及び／又は希釈溶媒に由来する成分である。上記態様のコアレスサーフィルターは、該主成分が抽出剤に由来する成分、及び／又は希釈溶媒に由来する成分である溶媒抽出法の用途に好適である。「主成分」の意味するところは上記と同様である。

[0021] 濾材 A が粗大化させた液滴の粗大化をさらに促進させるため、濾材 B は、平均開孔径が $9\ \mu\text{m}$ 以上 $100\ \mu\text{m}$ 以下である。濾材 B は、不織布であって

もメッシュであってもよいが、高流量時の分離効率維持の観点から、メッシュであることが好ましい。メッシュは、カレンダー加工で発生するフィルム化した部分が少ないため、液の透過が阻害され難く、また、孔径分布が均一なため、濾材内全体を金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液が一定の流量で流れ易い。よって、濾材Bとしてメッシュを用いると、液滴（水滴又は油滴）は濾材内にとどまり易く、処理流量が高い条件であっても粗大化し易い。さらに、孔径分布が均一なメッシュは、圧力が濾材全体に均一にかかるため、目開きが起こり難く、処理流量が高い条件であっても分離効率を維持し易い。なお、本明細書中、「メッシュ」とは、モノフィラメント（単繊維）で織られた構造体をいう。濾材Bが不織布であれば、平均開孔径が $9\mu\text{m}$ 以上 $50\mu\text{m}$ 以下、平均繊維径が $3\mu\text{m}$ 以上 $40\mu\text{m}$ 以下、目付が $30\text{g}/\text{m}^2$ 以上 $350\text{g}/\text{m}^2$ 以下、空隙率が70%以上、表面張力が $35\text{dyne}/\text{cm}$ 以上 $55\text{dyne}/\text{cm}$ 以下であることが好ましい。また、濾材Bがメッシュである場合、表面張力が $35\text{dyne}/\text{cm}$ 以上 $55\text{dyne}/\text{cm}$ 以下であることが好ましい。

[0022] 濾材A及び濾材Bの材質は、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンテレフタレート・アジペート、ポリエチレンテレフタレート・イソフタレート、ポリエチレンテレフタレート・セバケート、ポリエチレンテレフタレート・ドデカンジオエート、ポリブチレンテレフタレートなどのポリエステル系、ポリプロピレン系、ポリエチレン系、ガラス繊維系などが挙げられ、流体中の水層pHや有機層の耐薬品性に応じて選択することができる。前記コアレスサーフィルターの濾材を構成する繊維成分の90質量%以上が、ポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレン、ポリエチレン、ガラスから選ばれる1種以上であることが好ましい。濾材A及び濾材Bの材質は、互いに同一でも異なってもよい。

また、濾材A及び濾材Bに、それぞれの機能を好適に発揮させる観点から、濾材Aの厚みは、 0.2mm 以上 2.00mm 以下が好ましく、濾材Bの厚みは、 0.2mm 以上 3.0mm 以下が好ましい。ここでいう「厚み」は

、濾材 A 又は濾材 B が複数枚積層されたものである場合はその濾材 A 又は濾材 B の合計厚みを言う。濾材 A は、濾材 B よりも厚くてよく、この場合、複数枚重ね合わせた濾材 A を実現し易い。他方、濾材 B が、濾材 A よりも厚くてよく、この場合、濾材 A の外側に濾材 B が巻き付けられた、コアレスフィルター全体の構成を実現し易い。

[0023] 前記不織布の製造方法は何ら限定されるものではなく、例えば、メルトブロー法、スパンボンド法、スパンレース法、ニードルパンチ、抄紙法などが挙げられるが、濾材 A に関しては、平均開孔径が $0.8\ \mu\text{m}$ 以上 $8\ \mu\text{m}$ 以下となるためには、メルトブロー法による不織布を主体として用いることが好ましい。

[0024] また、濾材 A 及び濾材 B は、親水性、親油性又は撥水性の表面処理がなされてもよい。親水化する方法は、なんら限定されるものではないが、例えば、水酸基、カルボキシル基、アミノ基、ケトン基やスルホン基といった親水性のある官能基を化学反応により繊維高分子に導入する、グラフト重合によってアクリル酸のようなアルカリ処理を施すことで親水性となる化合物を側鎖に導入する、といった方法が挙げられる。また、ポリエチレングリコールやポリカルボン酸、ポリイソシアネート、ビニル基、グリシジルエーテル基、ポリアミン、N-メトキシメチロールなどを含有したポリアルキレンオキサイドや高分子電解質、親水性をもったセルロース系物質などの親水性を有する加工剤によって繊維表面を親水化処理する方法が挙げられる。撥水加工は通常の方法で行えばよく、例えば、アクリル酸パーフルオロアルコールなどのフッ素系樹脂、ジメチルシリコンなどのシリコン系樹脂、パラフィン系樹脂、ワックス系樹脂等の公知の撥水加工剤を、原糸製造時あるいは繊維構造体にパディング、浸漬、スプレー、吸尽等の方法で付与させればよい。

[0025] 濾材 A 及び濾材 B は、それぞれ単独で用いられてもよいし、又は強度を高める為、機能性を付与する為、複数を組み合わせて使用されてもよく、さらに補強材を用いることもできる。補強材としては、例えば、金属メッシュ、

織布、編布、不織布等が挙げられる。また、これら織布、編布、不織布を構成する素材も何ら限定されないが、例えば、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンテレフタレート・アジペート、ポリエチレンテレフタレート・イソフタレート、ポリエチレンテレフタレート・セバケート、ポリエチレンテレフタレート・ドデカンジオエート、ポリブチレンテレフタレートなどのポリエステル系共重合体の繊維、ポリヘキサメチレンアジパミド（ポリアミド66）、ポリヘキサメチレンセバカミド、ポリヘキサメチレンデカミド、ポリヘキサメチレンヘキサミド、ポリカプラミド（ポリアミド6）、ポリオクタミド、ポリノナミド、ポリデカミド、ポリドデカミド、ポリテトラミドなどのポリアミドの繊維、ポリアミド・イミド繊維、芳香族ポリアミド繊維、ポリパラオキシベンゾエートなどのポリエステルエーテルの繊維、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリフッ化ビニリデン、ポリテトラフルオロエチレンなどのハロゲン含有重合体の繊維、ポリプロピレン、ポリエチレンなどのポリオレフィンの繊維、各種アクリル繊維、ポリビニルアルコール系繊維、再生セルロース、アセテート、木綿、麻、絹、羊毛などの天然繊維が挙げられる。

- [0026] コアレッサフィルターを多段にし、又は処理液をコアレッサフィルターに循環させることによって、油水分離を更に促進させる処理を行なうことも可能である。また、処理液中の夾雑物を捕集するために、コアレッサフィルターにて被処理液を処理する前に、夾雑物捕集として、プレフィルターを置くことも可能である。

実施例

- [0027] 以下、実施例と比較例により本発明を具体的に説明する。

まず、用いた物性の測定方法等を以下に説明する。

（１）平均開孔径

PMI社のパームポロメーター（型式：CFP-1200AEX）を用い、浸液としてPMI社製のガルヴィックを用いて、サンプルを十分に脱気した後、測定を行った。同一の試料に対して3回測定を行い、得られた平均

流量孔径の平均値をそのサンプルの平均開孔径とした。

[0028] (2) 平均繊維径

不織布の表面を顕微鏡写真又は電子顕微鏡写真で拡大し、その繊維径（太さ）を50点実測し、その平均値を求めた。

[0029] (2) 目付

100mm×100mmの試料の重量を測定し、 g/m^2 に換算して求めた。

[0030] (3) 空隙率

JIS-L-1913-2010に規定される測定方法に準拠した方法により、測定子： $\phi 16$ を用いて $20\text{g}/\text{cm}^2$ 荷重時の厚みを5か所測定してその平均値を求め、目付と厚みから、下記式：

$$[1 - \{ (\text{目付} / 1000) \div \text{比重} \} \div \text{厚み}] \times 100$$

により算出した。尚、ポリエチレンテレフタレートの比重には1.38を用いた

[0031] (4) 表面張力

各濾材を形成する繊維と同一素材の無孔質フィルムを作製して測定サンプルとした。繊維表面に種々の加工剤がコーティングされ、または化学結合されている場合は、まず繊維と同一素材の

無孔質フィルムを作製し、同一加工剤を繊維表面にコーティングまたは化学結合させたときと同じ条件下で処理を行って測定サンプルとした。上記サンプルの接触角を種々の表面張力を有する液体で測定し、外挿法により接触角 $\theta = 0$ のときの表面張力を求め、各サンプルの表面張力とした。

[0032] (5) 分離性能

二次電池抽出液を模した、コバルトを含む硫酸水溶液と、2-エチルヘキシルホスホン酸モノ-2-エチルヘキシルエステル抽出剤とナフテン系希釈剤とからなる有機層とをビーカー内で混合し、10分静置して粗分離した後、水溶液層のみと有機層のみをそれぞれ回収したものを模擬試験液とした。

回収した水溶液層を模擬試験液とする場合、模擬試験液1Lを小型ポンプ

でコアレッサーフィルター（平膜式、 12.5 cm^2 ）へ基準流量（ $1\text{ ml}/\text{min}/\text{cm}^2$ ）で通液し、得られた水溶液層のTOC（全有機炭素）を、TOC計を用いて測定し、水溶液層に残留するTOC濃度を求めた。通液前の模擬試験液のTOC濃度と水に対する有機層の飽和油分濃度から、下記式：

[数1]

$$\text{油水分離率}[\%] = \left(1 - \frac{\text{分離後の水溶液層のTOC濃度}[\text{ppm}] - \text{飽和TOC濃度}[\text{ppm}]}{\text{分離前の水溶液層のTOC濃度}[\text{ppm}] - \text{飽和TOC濃度}[\text{ppm}]} \right) \times 100$$

によって油水分離率を算出した。

回収した有機層を模擬試験液とする場合、模擬試験液1Lを小型ポンプでコアレッサーフィルター（平膜式、 12.5 cm^2 ）へ基準流量（ $1\text{ ml}/\text{min}/\text{cm}^2$ ）、並びに基準流量の1.5倍、3倍、及び10倍の流量で通液し、得られた有機層の水分濃度を、カールフィッシャー水分計を用いて測定し、有機層に残留する水分濃度を求めた。また、通液前の模擬試験液の水分濃度と有機層に対する飽和水分濃度から、下記式：

[数2]

$$\text{油水分離率}[\%] = \left(1 - \frac{\text{分離後の有機層の水分濃度}[\text{ppm}] - \text{飽和水分濃度}[\text{ppm}]}{\text{分離前の有機層の水分濃度}[\text{ppm}] - \text{飽和水分濃度}[\text{ppm}]} \right) \times 100$$

によって油水分離率を算出した。

なお、油水分離において、 $20\text{ }\mu\text{m}$ 以下の微細分散滴の分離流量（分離速度）は $1\text{ ml}/\text{min}/\text{cm}^2$ が適当であることがわかっており、該分離流量を基準流量とした。

[0033] （6）粗大化液滴径

前記（5）の基準流量の試験において、フィルターに通液後の模擬試験液中の液滴の写真を撮り、液滴径を10点実測して、その平均値を求めた。

[0034] （7）生産性

前記（5）の試験において、以下のように生産性を判断した。

E（○）：基準流量の3倍まで上げて、油水分離率が1%以上低下しなかった。

A (△) : 基準流量の 1.5 倍まで上げても、油水分離率が 1 % 以上低下しなかった。

P (×) : 基準流量の 1.5 倍まで上げると、油水分離率が 1 % 以上低下した。

[0035] [コアレッサーフィルターの作製]

濾材 A として、これを複数枚重ね合わせ、プリーツ状に折り曲げて円筒状としたものを用いた。このような濾材 A の外側に、濾材 B を 1 周巻きつけて、コアレッサーフィルターを作製した。以下、各実施例及び各比較例において、濾材 A 及び／又は濾材 B を有しないものは該構成を省略し、同様にコアレッサーフィルターを作製した。コアレッサーフィルターは、これを用いて常法によりコアレッサーカートリッジを作製可能であった。

[0036] [実施例 1]

濾材 A として、ポリエステル系 SR 加工剤で親水化処理を施した濾材を 4 枚重ね合わせて、平均開孔径 $1\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $1.1\ \mu\text{m}$ 、目付 $160\ \text{g}/\text{m}^2$ (目付 $40\ \text{g}/\text{m}^2$ の濾材を 4 枚重ね合わせることで目付 $160\ \text{g}/\text{m}^2$ とした。)、空隙率 67 %、表面張力 $70\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材 B として平均開孔径 $38\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $30\ \mu\text{m}$ 、目付 $315\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 86 %、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、水溶液層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 1 に示す。

[0037] [実施例 2]

濾材 A として、ポリエステル系 SR 加工剤で親水化処理を施した濾材を 4 枚重ね合わせて、平均開孔径 $1\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $1.1\ \mu\text{m}$ 、目付 $160\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 67 %、表面張力 $70\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材 B として平均開孔径 $40\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $20\ \mu\text{m}$ 、目付 $50\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 81 %、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、水溶液層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 1 に示す。

[0038] [実施例3]

濾材Aとして、ポリエステル系SR加工剤で親水化処理を施した濾材を4枚重ね合わせて、平均開孔径 $1\mu\text{m}$ 、平均繊維径 $1.1\mu\text{m}$ 、目付 $160\text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率67%、表面張力 $70\text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材Bとして平均開孔径 $9\mu\text{m}$ 、平均繊維径 $4\mu\text{m}$ 、目付 $260\text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率72%、表面張力 $44\text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、水溶液層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表1に示す。

[0039] [実施例4]

濾材Aとして、ポリエステル系SR加工剤で親水化処理を施した濾材を2枚重ね合わせて、平均開孔径 $5\mu\text{m}$ 、平均繊維径 $2.3\mu\text{m}$ 、目付 $180\text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率78%、表面張力 $70\text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材Bとして平均開孔径 $38\mu\text{m}$ 、平均繊維径 $30\mu\text{m}$ 、目付 $315\text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率86%、表面張力 $44\text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、水溶液層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表1に示す。

[0040] [実施例5]

濾材Aとして、ポリエステル系SR加工剤で親水化処理を施した濾材を4枚重ね合わせて、平均開孔径 $1\mu\text{m}$ 、平均繊維径 $1.1\mu\text{m}$ 、目付 $160\text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率67%、表面張力 $70\text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材Bとして平均開孔径 $90\mu\text{m}$ 、平均繊維径 $50\mu\text{m}$ 、目付 $100\text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率25%、表面張力 $44\text{dyne}/\text{cm}$ のメッシュを用いたフィルターを使用して、水溶液層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表1に示す。

[0041] [実施例6]

濾材Aとして、濾材を2枚重ね合わせて、平均開孔径 $2\mu\text{m}$ 、平均繊維径 $1.7\mu\text{m}$ 、目付 $160\text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率62%、表面張力 $44\text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材Bとして平均開孔径 $38\mu\text{m}$ 、平均

繊維径 $30\ \mu\text{m}$ 、目付 $315\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 86% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、有機層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 2 に示す。

[0042] [実施例 7]

濾材 A として、濾材を 2 枚重ね合わせて、平均開孔径 $2\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $1.7\ \mu\text{m}$ 、目付 $160\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 62% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材 B として平均開孔径 $40\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $20\ \mu\text{m}$ 、目付 $50\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 81% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、有機層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 2 に示す。

[0043] [実施例 8]

濾材 A として、濾材を 2 枚重ね合わせて、平均開孔径 $2\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $1.7\ \mu\text{m}$ 、目付 $160\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 62% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材 B として平均開孔径 $9\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $4\ \mu\text{m}$ 、目付 $260\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 72% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、有機層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 2 に示す。

[0044] [実施例 9]

濾材 A として、濾材を 2 枚重ね合わせて、平均開孔径 $5\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $2.3\ \mu\text{m}$ 、目付 $180\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 79% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材 B として平均開孔径 $38\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $30\ \mu\text{m}$ 、目付 $315\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 86% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、有機層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 2 に示す。

[0045] [実施例 10]

濾材 A として、濾材を 2 枚重ね合わせて、平均開孔径 $2\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $1.7\ \mu\text{m}$ 、目付 $160\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 62% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材 B として平均開孔径 $90\ \mu\text{m}$ 、平均繊維

繊維径 $50\ \mu\text{m}$ 、目付 $100\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 25% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のメッシュを用いたフィルターを使用して、有機層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 2 に示す。

[0046] [比較例 1]

コアレッサーフィルターを用いず、30 分間の静置により水溶液層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 1 に示す。

[0047] [比較例 2]

濾材 A として、ポリエステル系 SR 加工剤で親水化処理を施した濾材を 4 枚重ね合わせて、平均開孔径 $1\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $1.1\ \mu\text{m}$ 、目付 $160\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 67% 、表面張力 $70\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材 B を持たない構成のフィルターを用いて、水溶液層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 1 に示す。

[0048] [比較例 3]

濾材 A を持たず、濾材 B として平均開孔径 $38\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $30\ \mu\text{m}$ 、目付 $315\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 86% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、水溶液層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 1 に示す。

[0049] [比較例 4]

濾材 A として、濾材を 3 枚重ね合わせて、平均開孔径 $0.5\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $0.8\ \mu\text{m}$ 、目付 $180\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 60% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材 B として平均開孔径 $38\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $30\ \mu\text{m}$ 、目付 $315\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 86% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、水溶液層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 1 に示す。

[0050] [比較例 5]

濾材 A として、平均開孔径 $40\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $20\ \mu\text{m}$ 、目付 $50\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 81% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材 B として平均開孔径 $38\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $30\ \mu\text{m}$ 、目付 315

g/m^2 、空隙率 86%、表面張力 $44 \text{ dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、水溶液層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 1 に示す。

[0051] [比較例 6]

濾材 A として、濾材を 4 枚重ね合わせて、平均開孔径 $1 \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $1.1 \mu\text{m}$ 、目付 $160 \text{ g}/\text{m}^2$ 、空隙率 67%、表面張力 $44 \text{ dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材 B として平均開孔径 $7 \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $2.3 \mu\text{m}$ 、目付 $90 \text{ g}/\text{m}^2$ 、空隙率 78%、表面張力 $44 \text{ dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、水溶液層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 1 に示す。

[0052] [比較例 7]

コアレスフィルターを用いず、30 分間の静置により有機層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 2 に示す。

[0053] [比較例 8]

濾材 A として、濾材を 2 枚重ね合わせて、平均開孔径 $2 \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $1.7 \mu\text{m}$ 、目付 $160 \text{ g}/\text{m}^2$ 、空隙率 62%、表面張力 $44 \text{ dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材 B を持たない構成のフィルターを用いて、有機層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 2 に示す。

[0054] [比較例 9]

濾材 A を持たず、濾材 B として平均開孔径 $38 \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $30 \mu\text{m}$ 、目付 $315 \text{ g}/\text{m}^2$ 、空隙率 86%、表面張力 $44 \text{ dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、有機層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 2 に示す。

[0055] [比較例 10]

濾材 A として、濾材を 3 枚重ね合わせて、平均開孔径 $0.5 \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $0.8 \mu\text{m}$ 、目付 $180 \text{ g}/\text{m}^2$ 、空隙率 82%、表面張力 $44 \text{ dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材 B として平均開孔径 $38 \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $30 \mu\text{m}$ 、目付 $315 \text{ g}/\text{m}^2$ 、空隙率 60%、表面張力 $44 \text{ dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、有機層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 2 に示す。

n e / c m のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、有機層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 2 に示す。

[0056] [比較例 1 1]

濾材 A として、平均開孔径 $40\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $20\ \mu\text{m}$ 、目付 $50\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 81% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材 B として平均開孔径 $38\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $30\ \mu\text{m}$ 、目付 $315\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 86% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、有機層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 2 に示す。

[0057] [比較例 1 2]

濾材 A として、濾材を 2 枚重ね合わせて、平均開孔径 $2\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $1.7\ \mu\text{m}$ 、目付 $160\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 62% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用い、濾材 B として平均開孔径 $7\ \mu\text{m}$ 、平均繊維径 $2.3\ \mu\text{m}$ 、目付 $90\ \text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率 78% 、表面張力 $44\ \text{dyne}/\text{cm}$ のポリエステル製不織布を用いたフィルターを使用して、有機層からなる模擬試験液を処理した。結果を以下の表 2 に示す。

[0058]

[表1]

	コアレスサーフィルター										効果									
	濾材A					濾材B					粗大化 液滴径 [mm]	生産性	油水分離率							
	形態	平均開孔径 μm	平均繊維径 μm	目付 g/m ²	空隙率 %	表面張力 dyne/cm	材質	形態	平均開孔径 μm	平均繊維径 μm			目付 g/m ²	空隙率 %	表面張力 dyne/cm	材質	処理流量 1倍	処理流量 1.5倍	処理流量 3倍	処理流量 10倍
実施例1	不織布	1	1.1	160	67	70	PET	不織布	38	30	315	86	44	PET	3	E(O)	99.8	99.6	99.2	92.9
実施例2	不織布	1	1.1	160	67	70	PET	不織布	40	20	50	81	44	PET	3	E(O)	99.6	99.5	99.1	92.5
実施例3	不織布	1	1.1	160	67	70	PET	不織布	9	4	260	72	44	PET	3	E(O)	99.5	99.2	98.9	91.9
実施例4	不織布	5	2.3	180	78	70	PET	不織布	38	30	315	86	44	PET	3	E(O)	99.8	99.5	99.0	93.1
実施例5	不織布	1	1.1	160	67	70	PET	メッシュ	90	50	100	25	44	PET	3	E(O)	99.5	99.4	99.0	96.1
比較例1		なし					なし					<0.1	P(×)	93.8	-	-	-	-	-	-
比較例2	不織布	1	1.1	160	67	70	PET	なし					0.3	A(△)	98.3	97.8	97.1	90.2	92.0	81.0
比較例3		なし					なし					<0.1	P(×)	94.8	93.5	92.0	91.0			
比較例4	不織布	0.5	0.8	180	60	44	PET	不織布	38	30	315	86	44	PET	2.5	P(×)	98.8	97.5	96.4	91.1
比較例5	不織布	40	20	50	81	44	PET	不織布	38	30	315	86	44	PET	<0.1	P(×)	73.8	71.2	68.8	65.5
比較例6	不織布	1	1.1	160	67	44	PET	不織布	7	2.3	90	78	44	PET	0.5	A(△)	99.0	98.4	97.7	91.3

[0059] [表2]

	コアレスサーフィルダー												効果							
	濾材A						濾材B						粗入化 液滴径 [mm]	生産性	油水分離率					
	形態	平均開孔径 μm	平均繊維径 μm	目付 g/m ²	空隙率 %	表面張力 dyne/cm	材質	形態	平均開孔径 μm	平均繊維径 μm	目付 g/m ²	空隙率 %			表面張力 dyne/cm	材質	処理流量 1倍	処理流量 1.5倍	処理流量 3倍	処理流量 10倍
実施例 6	不織布	2	1.7	160	62	44	PET	不織布	38	30	315	86	44	PET	5	E(O)	98.2	98.0	97.5	93.8
実施例 7	不織布	2	1.7	160	62	44	PET	不織布	40	20	50	81	44	PET	5	E(O)	98.2	97.9	97.4	93.1
実施例 8	不織布	2	1.7	160	62	44	PET	不織布	9	4	260	72	44	PET	5	E(O)	98.2	97.5	97.1	92.3
実施例 9	不織布	5	2.3	180	79	44	PET	不織布	38	30	315	86	44	PET	5	E(O)	98.2	97.6	97.1	93.1
実施例 10	不織布	2	1.7	160	62	44	PET	メッシュ	90	50	100	25	44	PET	5	E(O)	98.2	98.0	97.7	96.2
比較例 7			なし								なし				<0.1	P(×)	83.6	-	-	-
比較例 8	不織布	2	1.7	160	62	44	PET				なし				1	A(△)	94.5	93.9	93.2	91.5
比較例 9			なし					不織布	38	30	315	86	44	PET	<0.1	P(×)	70.9	69.1	67.3	61.0
比較例 10	不織布	0.5	0.8	180	60	44	PET	不織布	38	30	315	86	44	PET	5	P(×)	93.6	92.2	90.9	88.5
比較例 11	不織布	40	20	50	81	44	PET	不織布	38	30	315	86	44	PET	<0.1	P(×)	89.1	87.6	85.9	80.3
比較例 12	不織布	2	1.7	160	62	44	PET	不織布	7	2.3	90	78	44	PET	0.5	A(△)	97.3	96.5	95.3	92.4

産業上の利用可能性

[0060] 本発明によれば、リチウムイオン二次電池、ニッケル水素二次電池、ニッケルカドミウム二次電池などの二次電池からの特定有用金属を高効率で分離することができるため、産業上有用である。

請求の範囲

- [請求項1] 二次電池に含まれる金属を回収するための溶媒抽出法に用いられる、コアレッサーフィルターであって、
前記コアレッサーフィルターは、第一濾材及び第二濾材を備え、
第一濾材の平均開孔径が $0.8\mu\text{m}$ 以上 $8\mu\text{m}$ 以下であり、
第二濾材の平均開孔径が $9\mu\text{m}$ 以上 $100\mu\text{m}$ 以下である、
コアレッサーフィルター。
- [請求項2] 前記第二濾材が、
前記平均開孔径が $9\mu\text{m}$ 以上 $50\mu\text{m}$ 以下、平均繊維径が $3\mu\text{m}$ 以上 $40\mu\text{m}$ 以下、目付が $30\text{g}/\text{m}^2$ 以上 $350\text{g}/\text{m}^2$ 以下、空隙率が 70% 以上 100% 未満、表面張力が $40\text{dyne}/\text{cm}$ 以上 $55\text{dyne}/\text{cm}$ 以下の不織布を含む、請求項1に記載のコアレッサーフィルター。
- [請求項3] 前記不織布の表面張力が $40\text{dyne}/\text{cm}$ 以上 $55\text{dyne}/\text{cm}$ 以下である、請求項2に記載のコアレッサーフィルター。
- [請求項4] 前記第二濾材が、
メッシュを含む、請求項1に記載のコアレッサーフィルター。
- [請求項5] 前記メッシュの表面張力が $35\text{dyne}/\text{cm}$ 以上 $55\text{dyne}/\text{cm}$ 以下である、請求項4に記載のコアレッサーフィルター。
- [請求項6] 前記第一濾材が、
平均繊維径が $1\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下、目付が $50\text{g}/\text{m}^2$ 以上 $250\text{g}/\text{m}^2$ 以下、空隙率が 60% 以上 100% 未満、表面張力が $60\text{dyne}/\text{cm}$ 以上 $80\text{dyne}/\text{cm}$ 以下の不織布を含む、請求項1～5のいずれか1項に記載のコアレッサーフィルター。
- [請求項7] 前記第一濾材が、
平均繊維径が $1\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下、目付が $150\text{g}/\text{m}^2$ 以上 $200\text{g}/\text{m}^2$ 、空隙率が 60% 以上 100% 未満、表面張力が $35\text{dyne}/\text{cm}$ 以上 $55\text{dyne}/\text{cm}$ 以下の不織布を含む、請求項1

～5のいずれか1項に記載のコアレッサフィルター。

[請求項8] 前記第一濾材及び／又は第二濾材を構成する繊維成分の90質量%以上が、ポリエステル、ポリプロピレン、ポリエチレン及びガラスから成る群から選ばれる1種以上である、請求項1～5のいずれか1項に記載のコアレッサフィルター。

[請求項9] 二次電池から金属を回収するための溶媒抽出法における、酸性水溶液と抽出剤及び／又は希釈有機溶媒との混合溶液による金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液が流入する内部流路を備える本体部と、

前記本体部内において前記内部流路を囲むように液上流側から配される、第一濾材及び第二濾材と、を備え、

第一濾材の平均開孔径が $0.8\mu\text{m}$ 以上 $8\mu\text{m}$ 以下であり、

第二濾材の平均開孔径が $9\mu\text{m}$ 以上 $100\mu\text{m}$ 以下である、コアレッサーカートリッジ。

[請求項10] 二次電池から金属を回収するための溶媒抽出法における、酸性水溶液と抽出剤及び／又は希釈有機溶媒との混合溶液による金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液の油水分離方法であって、以下の工程：

該抽出液及び／又は逆抽出液を有機層と水層とに粗分離する工程；及び

得られた粗分離された有機層及び／又は水層を請求項1～5のいずれか1項に記載のコアレッサフィルターで処理する工程；を含む油水分離方法。

[請求項11] 前記金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液が、所定の平均開孔径を有する第一濾材から、前記第一濾材よりも平均開孔径が大きい第二濾材の順に流れるように前記コアレッサーフィルターが配置されている、請求項10に記載の油水分離方法。

[請求項12] 前記第一濾材が、
平均繊維径が $1\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下、目付が $50\text{g}/\text{m}^2$ 以上 $250\text{g}/\text{m}^2$ 以下、空隙率が60%以上100%未満、表面張力が60

d y n e / c m 以上 8 0 d y n e / c m 以下の不織布を含み、

前記溶媒抽出法に用いる金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液の主成分が、酸性水溶液に由来する成分である、請求項 1 1 に記載の油水分離方法。

[請求項13]

前記第一濾材が、

平均繊維径が $1 \mu\text{m}$ 以上 $3 \mu\text{m}$ 以下、目付が $150 \text{ g} / \text{m}^2$ 以上 $200 \text{ g} / \text{m}^2$ 、空隙率が 60% 以上 100% 未満、表面張力が $35 \text{ d y n e} / \text{c m}$ 以上 $55 \text{ d y n e} / \text{c m}$ 以下の不織布を含み、

前記溶媒抽出法に用いる金属イオン抽出液及び／又は逆抽出液の主成分が、抽出剤に由来する成分、及び／又は希釈溶媒に由来する成分である、請求項 1 1 に記載の油水分離方法。

[請求項14]

前記二次電池がリチウムイオン二次電池である、請求項 1 0 に記載の油水分離方法。