

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5164301号
(P5164301)

(45) 発行日 平成25年3月21日(2013.3.21)

(24) 登録日 平成24年12月28日(2012.12.28)

(51) Int. Cl. F I
BO1D 39/20 (2006.01) B O I D 39/20 D
BO1D 29/50 (2006.01) B O I D 29/24 Z

請求項の数 4 (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2000-600761 (P2000-600761)	(73) 特許権者	509250858
(86) (22) 出願日	平成12年2月18日 (2000.2.18)		エイチピーディ、エルエルシー
(65) 公表番号	特表2002-537104 (P2002-537104A)		アメリカ合衆国 60544 イリノイ、
(43) 公表日	平成14年11月5日 (2002.11.5)		ブレインフィールド、 ウエスト メイン
(86) 国際出願番号	PCT/US2000/004200		ストリート 23563、イリノイ ル
(87) 国際公開番号	W02000/050156		ート 126
(87) 国際公開日	平成12年8月31日 (2000.8.31)	(73) 特許権者	501332703
審査請求日	平成18年12月13日 (2006.12.13)		ストップ テク ホールディング アクテ
審査番号	不服2010-20086 (P2010-20086/J1)		ィーゼルスカブ
審査請求日	平成22年9月7日 (2010.9.7)		デンマーク国、フレデリクスベルグ、 プ
(31) 優先権主張番号	60/121, 162	(74) 代理人	100066692
(32) 優先日	平成11年2月22日 (1999.2.22)		弁理士 浅村 皓
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100072040
(31) 優先権主張番号	09/306, 152		弁理士 浅村 肇
(32) 優先日	平成11年5月6日 (1999.5.6)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ろ液導管網を備えたクロスフローろ過装置およびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

供給端面(15)で供給材料を受け取り、前記供給材料をろ液とレテンテートに分離するクロスフローろ過装置(10)であって、

a) 多孔質材料から成る複数の分離されたモノリス・セグメント(11)の実質的に平行な配置を含む構造体であって、それぞれのセグメント(11)が前記構造体の供給端面(15)からレテンテート端面まで縦に延びる複数の供給材料通路(12)を含み、前記通路の中を前記供給材料が流れ、前記装置(10)からレテンテートが排出され、前記通路の表面積が、構造体1m³あたり少なくとも約328m²(1立方フィートあたり少なくとも100平方フィート)である構造体と、

b) 前記構造体の外部にあって、前記構造体の側面に沿って配置されたる液収集ゾーン(31)であって、前記構造体の前記供給端およびレテンテート端のところに配置され、前記供給材料およびレテンテートの前記ろ液収集ゾーンへの直接の通過を抑制するバリヤ手段(13、14)を含むろ液収集ゾーン(31)と、

c) 前記構造体の内部にあって前記ろ液収集ゾーン(31)に向かって前記セグメント(11)からろ液を運ぶる液導管網であって、多孔質材料を通る代替流路よりも流動抵抗が低い経路を提供するろ液導管網(16、17、18)と

を備え、

d) 前記ろ液導管網が、セグメント間ろ液導管(16)を含み、前記セグメント間ろ液導管(16)は、前記モノリス・セグメント(11)間に延び、前記ろ液収集ゾーン(3

1)と連通しており、

e)前記液導管網がさらに、複数のセグメント内る液導管(17、18)を含み、それぞれの前記セグメント内る液導管は、前記モノリス・セグメントのうちの1つの内部に延びており、それぞれの前記セグメント内る液導管(17、18)が、複数の縦のチャンバ(17)及び横断チャネル(18)を含み、複数の前記縦のチャンバ(17)は、前記モノリス・セグメント(11)を通って縦に延び、前記横断チャネル(18)によって横断されており、前記横断チャネル(18)は、前記セグメント間る液導管(16)または前記液収集ゾーン(31)と連通しており、

f)前記液導管網が、前記構造体の前記供給端面(15)およびレテンテート端面のところで前記供給材料通路(12)から隔離されている、

10

装置。

【請求項2】

前記モノリス・セグメントの軸線に垂直な寸法が、5.08cm(2インチ)から17.78cm(7インチ)の範囲にある、請求項1に記載のクロスフローろ過装置。

【請求項3】

前記通路の表面に適用された選択透過膜をさらに含む、請求項2に記載のクロスフローろ過装置。

【請求項4】

前記選択透過膜が、精密ろ過、限外ろ過、ナノフィルトレーション、逆浸透、ガス分離または浸透気化に適した膜のグループから選択された、請求項3に記載のクロスフローろ過装置。

20

【発明の詳細な説明】

【0001】

(先行出願への参照)

本出願は、1999年2月22日出願の米国暫定特許出願第60/121162号の恩典を参照によって組み込み、これを請求する。

【0002】

(発明の背景)

供給材料を、その大きさのためにフィルタの細孔構造を通過できずに保持された懸濁物とろ液とに分離するろ過装置は多数ある。ストレートスルー(straight-through)フィルタは、フィルタの表面またはフィルタ・マトリックスの内部に懸濁物を保持し、ろ液だけを通過させる。クロスフロー(cross-flow)フィルタは、フィルタ表面を横断方向に流れる接線流を用いて作動し、この接線流がフィルタ表面の細孔を通過することができない懸濁物を流し去る。クロスフロー・フィルタでは、装置のある部分からレテンテートすなわち濃縮された懸濁物が連続抽出され、別の部分からろ液が連続抽出される。

30

【0003】

当技術分野ではよく知られているとおり、クロスフロー・フィルタのろ過速度は一般に、フィルタ表面に蓄積したフィルタ・ケーキの抵抗によって制限される。このケーキの厚さおよびこれに対応する抵抗はクロスフローの速度によって制御される。保持された懸濁物の濃度分極によってケーキの厚さが制御されるこの現象は、技術文献に詳細に説明されている。最大ろ過速度を得るためクロスフロー・フィルタは通常、ろ液流に対する抵抗がフィルタ・ケーキのそれに比べて低い多孔質材料から構築される。すなわち、作動時、多孔質フィルタ自体を横切る圧力降下はフィルタ・ケーキを横切る圧力降下に比べ小さく、後者の抵抗は、フィルタ表面を横切る流動状態によって決められる。

40

【0004】

クロスフロー・フィルタは、多通路多孔質モノリスを使用して構築することができる。このようなモノリスは、モノリス中を延びる数十から数千もの通路を有する。これらの通路は通常、均等な間隔で平行に配置されている。使用時には、モノリスの一端に供給材料が加圧導入され、これが通路を通過して平行に流れ、装置の下流端からレテンテートとして

50

回収される。

【0005】

通路を分離する多孔質モノリスの壁に入ったろ液は、合流しながら壁の中をモノリスの外縁に向かって流れ、モノリスの外皮を通して除去される。モノリス通路壁の曲がりくねった流路の流動抵抗がろ過能力を大幅に制限することがあり、そのため、大径、大表面積の多通路多孔質モノリスに基づくクロスフロー・フィルタは、この制限を克服するなんらかの手段が組み込まれているものを除き、商業的に使用されているものはない。

【0006】

膜装置は、半透膜を利用したろ液をレテンテートから分離する。ろ液は透過液とも呼ばれる。粒子、コロイド、巨大分子、低分子量分子を分離、濃縮し、ガスを分離する多くのさまざまな圧力駆動膜装置がある。膜は一般に、膜と一体の、または膜とは別個の機械的支持を必要とする。例えば、多孔質支持材料の上に膜をコーティングすること、または単純に、多孔質支持材料によって膜を機械的に支持することができる。

10

【0007】

多通路多孔質モノリスは、膜支持体として特に有用である。この場合、膜は通路壁に適用され、したがって通路壁は、機械的支持とろ液収集ゾーンへのろ液を除去する流路の両方の働きをする。モノリス通路壁の高い流動抵抗は厄介である。第1に、例えば動的成形手順による膜の十分な形成を妨げる。第2に、他の方法で膜をモノリス通路壁に適用できた場合でも、ろ液流に対する通路壁の抵抗は装置能力を制限する。この制限条件は、このような装置の開発者、例えば、1978年1月17日発行の米国特許第4069157号の Hoover および Roberts によって明らかに認識されている。この特許は、いくつかのパラメータの値を特定の範囲に限定することによってこのような制限を解決することを教示している。すなわち、単位体積あたりの通路表面積、支持体の空隙率、および支持体全体積に対する通路を除く支持体材料の体積割合をある範囲内に限定し、これらを組み合わせて支持体の透過係数を許容範囲内に限定する。

20

【0008】

モノリス・ベースの他の膜装置が、米国、フランス、ドイツ、イギリス、オランダ、日本および中国を含む多くの国で開発されている。これらの装置についても実務者は、支持体の透過性の制限を認識しており、この制限を一般に、直径が全体に小さく、供給通路が比較的少なく、細孔サイズの大きなモノリスの使用によって克服している。いくつかの市販の膜装置では、円筒形のハウジングの内部に配分したそれぞれが最高37本の通路を有するいくつかの小径モノリスを利用している。ろ液は、それぞれのモノリスの側面から滲み出し、他のモノリスからのろ液と混合され、その後、集められる。これらの装置の全体的なパッキング密度、すなわち単位体積あたりの膜面積は比較的小さい。

30

【0009】

上記のソースが膜装置の支持体として使用するモノリスは全て、支持体全体にわたって実質的に均等に配置された通路を使用するという共通の特徴を持つ。この制約のため、製品開発者はろ液流路の制限を回避するため、先に参照した特許で Hoover および Roberts が詳述しているような変量を用いて開発を行った。

【0010】

このように多孔質モノリスの通路壁の流動抵抗は、クロスフローろ過装置または膜装置の膜支持体としてモノリスを使用する際の制限因子となる。さらに、装置のパッキング密度すなわち単位体積あたりの有効フィルタまたは膜面積が増大するにつれ、この制限はますます厳しくなる。

40

【0011】

モノリス・ベースの装置の他の開発者は、モノリス装置の側面に沿ったろ液除去以外のろ液除去手段を使用している。このようなるろ過装置の1つカテゴリは、平衡圧力システムである。この装置では、1本または数本の通路を使用して、先に引用した Hoover および Roberts の方法のような径方向の除去ではなしに、縦方向にろ液を除去する。このような装置には、1973年1月23日発行の米国特許第3712473号に記載の

50

Ellenburgの装置、1977年6月28日発行の米国特許第4032454号に記載のHooverおよびRobertsの装置、および1980年9月16日発行の米国特許第4222874号に記載のConnellyの装置などがある。これらの装置でこのろ液除去モードが選択された主な理由は、供給材料でモノリスの外表面を加圧してモノリスを圧縮力が加わった状態に保つことができ、これによってモノリスの機械的故障の可能性を最小化することができるためである。Connellyはさらに、大径モノリスの内部での中央の縦のろ液ダクトまでの径方向のろ液流に対する抵抗を低減する径方向ろ液ダクトの使用も教示している。このような径方向ろ液ダクトは多孔質モノリス材料を貫通し、縦の通路と一切交差しない。この径方向ろ液ダクト配置では、高パッキング密度モノリスの利用が物理的に難しい。Connellyの装置のパッキング密度は、モノリス構造1m³あたり供給通路面積約328m²(構造1立方フィートあたり約100平方フィート)以下である。

10

【0012】

モノリス・ベース装置の他の開発者は、多流路体を達成する修正を提供している。例えば、1977年8月16日発行の米国特許第4041592号および1978年11月21日発行の米国特許第4126178号に記載のKelmの熱交換装置、ならびに1977年8月16日発行の米国特許第4041591号に記載のNoll他の熱交換装置では、2つの流体が多流路体に別々に入り、多重流路体の内部で別々に保持され、別々に排出される。2つの流体の間に熱交換は起こるが、物質の移動は起こらない。KelmおよびNoll他は、多孔質体をろ過または浸透プロセスに使用することができるかと述べているが、それ以上の教示はなされていない。

20

【0013】

モノリス・ベース装置の他の開発者は、多流路体を提供する修正を提供している。1984年1月24日発行のCharpinの米国特許第4427424号には、微細孔ガス分離膜から製作された装置が開示されている。Schneiderの1982年7月6日発行の米国特許第4338273号、1984年1月24日発行の米国特許第4426762号、および1985年5月21日発行のSchneider他の米国特許第4518635号には、熱交換および限外ろ過に有用なこのような装置を製作する方法が記載されている。

30

【0014】

ろ過装置または膜装置として考えたとき、Kelm、Noll、CharpinおよびSchneiderの装置は全て、物質の輸送が主に、高圧の供給通路から隣接する壁を通して低圧のろ液通路に直接に実施されると考えられるという特徴を有する。したがって以上に引用した開示の装置では、それぞれの供給通路がろ液通路に隣接する。

【0015】

1997年6月24日発行の米国特許第5641332号のFaberおよびFrostの装置は、膜支持体として使用したときのモノリスの透過液輸送能力を向上させる手段としてさまざまな厚さの通路壁を有する単一モノリス・ベースの膜装置を開示している。同様に、1999年1月5日発行の米国特許第5855781号に記載のYorita他の装置は、相対的に厚いモノリス通路壁セクションと相対的に薄い通路壁セクションを有し、相対的に厚いセクションにろ液導管ホールが穿設された単一モノリス装置を開示している。Yorita他はさらに、ろ液導管を形成する複雑な開放スロットを有する単一モノリスを開示している。

40

【0016】

参照によって本明細書に組み込まれるGoldsmithの1988年11月1日発行の米国特許第4781831号、1991年4月23日発行の第5009781号、1992年4月28日発行の第5108601号には、クロスフローろ過装置および膜装置として使用するさまざまなモノリス構造が開示されている。これらの構造は、モノリスと一緒に形成されたるろ液導管を有する個々の大径モノリス、ならびに個々のモノリス間の空間によって形成されたるろ液導管を有するきっちりとパッキングされたモノリス構造に基づく。こ

50

これらの装置は、構造の1つまたは複数の側面に沿った除去、管またはダクトおよび構造の端部を通した抽出を含む、さまざまなろ液除去手段を可能にした。これらの装置は、内部ろ液導管を有する単一の大きなモノリス、または内部ろ液導管を持たないより小さなモノリスのきっちりとパックされたアセンブリのいずれかを含み、両方を含むものはない。

【0017】

クロスフローろ過装置および膜装置の生産コスト面の重要な考慮事項には、モノリス自体のコストとモノリスを処理するため労働コストの両方が含まれる。直径（または他の特性寸法）の小さなモノリスでは、モノリスの押出し、乾燥および焼成のための設備に対するコストはそれほど大きくない。大径のモノリスを生産するための設備コストは非常に高くなる可能性がある。さらに、大径のモノリスは乾燥、焼成が難しく、高生産歩留まりの達成も難しい。これらの考慮事項はとりわけ、モノリス材料および通路構造の影響を受ける。しかし一般に、直径が7インチを大幅に超えるモノリスでは高価な生産設備が必要となり、生産歩留まりは非常に低くなる。労働コストについて見ると、小さな寸法のモノリスの単位フィルタ面積または単位膜面積あたりの労働コストは相対的に高い。モノリスが大きくなるにつれ、単位フィルタ面積または単位膜面積あたりの労働コストは低下する。そのため、モノリス・ベースのクロスフローろ過装置または膜装置の単位面積あたりのコストは、モノリスの直径を大きくしていく途中で最小値をとることが予想される。

【0018】

この背景をもとに本発明は検討される。具体的には、多通路モノリスをクロスフローろ過装置または膜装置として使用することに基づく既存の装置は全て、相対的に小径のモノリスから成るアセンブリまたは内部ろ液導管を有する単一の大きなモノリスのいずれかを使用する。1つまたは複数の内部ろ液導管を含むモノリスのアセンブリはどの従来技術にも開示されていない。

【0019】

（発明の分野）

本発明は、供給材料をろ液とレテンテートとに分離する改良型のクロスフローろ過装置に関し、詳細には、装置内部から装置外部のろ液収集ゾーンへのろ液の除去を強化する低流動抵抗のろ液導管網をその内部に有するクロスフローろ過装置に関する。本発明はさらに、このようなクロスフローろ過装置を膜支持体として使用する改良型の膜装置に関する。

【0020】

（発明の概要）

したがって本発明の目的は、装置構造内にろ液導管網を組み込むことによつてろ液を装置から容易に除去する改良型のクロスフローろ過装置を提供することにある。

【0021】

本発明の他の目的は、装置の体積に比べ通路の表面積が大きいクロスフローろ過装置を提供することにある。

【0022】

本発明の他の目的は、最も内側の通路と装置に関連した外部ろ液収集ゾーンとの間にもろ液の低圧滴下流路を提供することによって実質的に全ての通路を効果的に利用するクロスフローろ過装置を提供することにある。

【0023】

本発明の他の目的は、その通路の表面に膜が支持されたモノリス膜装置で使用する改良型の膜支持体を提供することにある。

【0024】

本発明は、モノリス構造をクロスフロー装置に使用することにはコスト面および技術面である制限があることを認識した結果である。直径（または他の特性寸法）の小さなモノリスは一般に、ろ液を効果的に除去するろ液導管を必要としないが、単位フィルタ面積あたりの製作コストおよびハウジングへの取付けコストが高い。大径のモノリスは、モノリスの内部通路からのろ液の除去を強化するために修正を必要とする。このことは効果的に

10

20

30

40

50

実施することができるが、大径モノリスは、その生産に高価な設備を必要とし、製作が難しい。

【0025】

本発明は、中間的な直径（または他の特性寸法）のモノリスを使用して大寸法モノリスの利点を備えるクロスフローろ過装置を生み出すことができることを認識した結果でもある。本発明は、中間的な直径（または類似の特性寸法）のモノリスを、モノリスが実質的に平行に配置された構造に組み立てることを含む。この構造は、2種類のろ液導管を有する。第1のセグメント間ろ液導管はモノリス・アセンブリの配置によって生み出され、この第1のセグメント間ろ液導管は、モノリス自体の内部のセグメント内ろ液導管の使用によって補完される。本発明は、ろ液導管のないモノリスのろ液除去の限界を回避し、大寸法のモノリスを製作する困難を排除する。

10

【0026】

本発明は、供給端面で供給材料を受け取り、供給材料をろ液とレテンテートに分離するクロスフローろ過装置であって、

a) 多孔質材料から成る複数の分離されたモノリス・セグメントの実質的に平行な配置を含む構造体であって、それぞれのセグメントが構造体の供給端面からレテンテート端面まで縦に延びる複数の供給材料通路を含み、通路の中を供給材料が流れ、装置からレテンテートが排出され、通路の表面積が、構造体 1 m^3 あたり少なくとも約 328 m^2 (1立方フィートあたり少なくとも100平方フィート)である構造体と、

b) 構造体の外部にあって、構造体の側面に沿って配置されたる液収集ゾーンであって、構造体の供給端およびレテンテート端のところに配置され、供給材料およびレテンテートのろ液収集ゾーンへの直接の通過を抑制するバリア手段を含むろ液収集ゾーンと、

20

c) 構造体の内部にあってろ液収集ゾーンに向かってセグメントからろ液を運ぶろ液導管網であって、多孔質材料を通る代替流路よりも流動抵抗が低い経路を提供するろ液導管網と

を備え、

d) ろ液導管網が、セグメント間ろ液導管を含み、セグメント間ろ液導管は、モノリス・セグメント間に延び、ろ液収集ゾーンと連通しており、

e) ろ液導管網がさらに、複数のセグメント内ろ液導管を含み、それぞれのセグメント内ろ液導管は、モノリス・セグメントのうちの1つの内部に延びており、それぞれのセグメント内ろ液導管が、複数の縦のチャンバ及び横断チャネルを含み、複数の縦のチャンバは、モノリス・セグメントを縦に延び、横断チャネルによって横断されており、横断チャネルは、セグメント間ろ液導管またはろ液収集ゾーンと連通しており、

30

f) ろ液導管網が、構造体の供給端面およびレテンテート端面のところで供給材料通路から隔離されている装置を提供する。

【0027】

一実施形態では、モノリス・セグメントの軸線に垂直な寸法が、 5.08 cm (2インチ) から 17.78 cm (7インチ) の範囲にある。

【0028】

他の実施形態では、通路の表面に適用された選択透過膜をさらに含む。

40

【0029】

さらに他の実施形態では、選択透過膜が、精密ろ過、限外ろ過、ナノフィルトレーション、逆浸透、ガス分離または浸透気化に適した膜のグループから選択される。

【0030】

その他の目的、特徴および利点は、好ましい実施形態の以下の説明および添付図面から明らかとなる。

【0031】

(実施形態の説明)

本発明は、多孔質材料から成る複数の多通路モノリス・セグメントから形成されたクロスフローろ過装置によって実施することができる。それぞれのセグメントは、装置の供給

50

端面からレテンテート端面まで縦に延びる複数の通路を含み、この通路の中を供給材料が流れ、装置からレテンテートが排出される。通路の表面積は、装置 1 m³あたり少なくとも約 3 2 8 m² (1 立方フィートあたり少なくとも 1 0 0 平方フィート) ある。装置の外部にろ液収集ゾーンが提供される。ろ液収集ゾーンに向かっている液を運ぶろ液導管網が装置の内部に形成される。このろ液導管網は、多孔質材料を通る代替流路よりも流動抵抗が低い経路を提供する。

【 0 0 3 2 】

この装置は、モノリス・セグメントの配置によって画定されたセグメント間ろ液導管を有する。少なくとも 1 つセグメントが、ろ液収集ゾーンと連絡し、ろ液収集ゾーンに向かっている液を運ぶ少なくとも 1 つのセグメント内ろ液導管を含む。この連絡は、セグメント間ろ液導管を介して、またはろ液収集ゾーンとの間で直接に実施することができる。あるいは他の方法でろ液収集ゾーンと間接的に連絡することもできる。このような間接連絡は例えば、参照によって本明細書に組み込まれる 1 9 9 1 年 4 月 2 3 日発行の米国特許第 5 0 0 9 7 8 1 号および 1 9 9 2 年 4 月 2 8 日発行の米国特許第 5 1 0 8 6 0 1 号に開示されているろ液ダクトを介して実施することができる。セグメント間ろ液導管およびセグメント内ろ液導管とともに、装置の両端面のところで通路から隔離され、少なくともいくつかの通路が介在する通路によつてろ液導管から分離される。装置の供給端およびレテンテート端からろ液収集ゾーンを隔離する手段が提供される。

10

【 0 0 3 3 】

本発明に基づく装置は、ろ液およびレテンテートを抽出するクロスフローろ過装置として記述されるが、透過液およびレテンテートを抽出する膜装置の支持体として使用する多孔質モノリスにも関係することを認知されたい。以下、クロスフローろ過装置という用語は膜装置の多孔質モノリス支持体を包含し、ろ液という用語は、膜装置から抜き取られた透過液を包含する。このような膜は、クロスフロー精密ろ過、限外ろ過、ナノフィルトレーション、逆浸透、ガス分離および浸透気化に適した分離バリアを含むことができる。

20

【 0 0 3 4 】

図 1 は、クロスフローろ過装置 1 0 の切断図である。この装置は、一体構造に接合された 4 つのモノリス・セグメントから成る円筒形装置である。この切断図には 2 つのセグメント 1 1 が示されており、この図はさらに、通路 1 2 ならびにろ液導管 1 3 および 1 4 を含む。図 1 の切断図は、セグメント間ろ液導管の一部分、より具体的には、2 つのモノリス・セグメント 1 1 によって形成された半円筒を図示されていない 2 つのモノリス・セグメントによって形成された第 2 の半円筒から分離するセグメント間ろ液導管の部分で断面をとったものである。選択した断面からどちらかにわずかにずらして断面をとれば、供給端面 1 5 から構造に沿って縦に延びる通路 1 2 が露出することになる。さらに、2 つのセグメント 1 1 の配置によって形成され、セグメント間ろ液導管の別の部分を構成する空間 1 6 も露出する。

30

【 0 0 3 5 】

セグメントは、セグメント間の空間が、供給端面 1 5 からその反対側の端面 (図示せず) まで装置に沿って縦に延びる交差した 2 つの平面を形成するように配置される。これらの平面は互い直交し、この空間の断面、すなわち線 3 - 3 で切った切り口は開いた十字形を示す。この空間は、装置 1 0 の内部のセグメント間導管を構成する。

40

【 0 0 3 6 】

2 つのモノリス・セグメント 1 1 はそれぞれ、同じ構造のセグメント内ろ液導管を有する。図の上側のセグメントのセグメント内ろ液導管は 2 つの部分から成る。すなわち、
a) 1 6 で示したセグメント間ろ液導管に平行で、かつ切断面に垂直な、破線で示した縦のチャンバ 1 7 から成る平らな列と、

b) チャンバ 1 7 と交差した横断スロット・チャンネル 1 8 である。チャンネル 1 8 は、図 1 の切断面で装置内部のセグメント間ろ液導管と連絡し、スロットの反対側の端 (図示せず) の装置の外表面でろ液収集ゾーン 3 1 と連絡する。

【 0 0 3 7 】

50

セグメント間ろ液導管 16 およびセグメント内ろ液導管 17、18 はともに、装置の供給端面 15 および装置の下流端面（図示せず）のところでシールされる 13、14。セグメント 11 は、セグメント間ろ液導管 16 の一部分に沿って配置されたセメント線 19 を用いてセグメント間導管 16 の内側で一体に接合される。同様の方法で、装置の第 2 の半円筒（図示せず）は、2 つのセグメント 11 から成る図示の半円筒にセメントで接合される。接合されたこれらの 4 つのセグメント・アセンブリが一体の装置構造を形成する。

【0038】

装置 10 の供給端面 15 には、その端面のところでシールされたセグメント内ろ液導管 スロット 14 が見られる。レテンテート端面のところにも全く同じ塞がれたスロットを提供することができる。レテンテート端面のところのスロットは必ずしも必要ない。ただしその場合にはレテンテート流体との連絡を防ぐため、レテンテート端面まで延びる縦チャンネル 17 がこの端面のところで塞がれる。

10

【0039】

本発明に基づくクロスフローろ過装置 10 は、クロスフローろ過器 24 の一部である。装置 10 は、端部 27 にフランジを有する不浸透性ハウジング 25 の内部に含まれる。円筒環状端部管継手 26 が、端面 15 のところで円筒形の装置 10 の周囲にセメントで接合され、第 2 の端部環状管継手がレテンテート端面（図示せず）のところに取り付けられる。端部管継手 26 は、装置 10 とハウジング 25 の間にシールを形成し、ろ液収集ゾーン 31 に集められたろ液を供給材料から隔離する働きをする径方向リング・シール 21 を有する。第 2 の軸方向リング面シール 22 が提供される。フランジの付いたエンド・キャップ 28 がボルト 29 でハウジング 25 に接続される。ハウジング 25 にエンド・キャップ 28 を組み付け、ボルト 29 で締め付けることによってリング・シール 22 が圧縮され、供給端面 15 のところで、ろ液収集ゾーン 31 と供給ゾーンの間で第 2 のシールが形成される。図示されてはいないが、ろ過器のレテンテート端部のところにも同一または同等のエンド・キャップが配置される。

20

【0040】

動作時、供給材料は、矢印 32 で指示した方向に押圧される。クロスフローろ過装置 10 の供給端 15 は供給材料を受け取り、この流体を通路 12 に縦方向に通し、最後にこの流体はレテンテート端（図示せず）から出て来る。供給端面 15 のところのセグメント間ろ液導管およびセグメント内ろ液導管の閉塞部分 13 および 14 は、供給材料が、セグメント間ろ液導管またはセグメント内ろ液導管に入ることを防ぐ。供給材料が通路 12 に沿って流れるにつれ、ろ液は、矢印 33 で指示するように徐々に除去され、ろ液導管網に流入する。これについては図 2 に示し後に詳しく説明する。ろ液は、最終的にろ液収集ゾーン 31 に集められ、ハウジング 25 の透過液口（図示せず）を通してろ過器 24 から取り出される。不浸透性のレテンテートは、矢印 34 で示すようにレテンテート端面に向かって流れ続ける。

30

【0041】

参照によって本明細書に組み込まれる 1992 年 4 月 28 日発行の米国特許第 5108601 号に開示されているように、全ての通路がろ液導管網の一部に隣接している必要はない。実際には、ろ液導管から最も遠く離れた通路を含め、実質的に全ての通路が分離に対して活性であるときに、ろ液導管間の通路数の最適な選択が得られる。このことが好ましいのは、単位装置体積あたりのフィルタ面積、したがって単位装置体積あたりのろ液流量を最大にするためである。好ましい介在通路数は、多孔質材料の空隙率、細孔径および細孔径分布、供給材料とろ液の間の作動圧力レベル、レテンテート中に保持された物質の濃度、通路壁に蓄積したフィルタ・ケーキのケーキ抵抗、通路に沿った流体の速度、通路寸法、ならびにその他のプロセスおよび装置変量を含む複合的な一組の変量によって決定される。

40

【0042】

クロスフローろ過装置 10 は、セラミック、プラスチック、金属、樹脂を含浸させた砂などの固体といった、さまざまな多孔質材料から製作することができる。セラミックの中

50

では、コーディエライト、アルミナ、ムライト、シリカ、ジルコニア、チタニア、スピネル、炭化ケイ素またはこれらの混合物を使用することが望ましい。許容される材料の空隙率は約20%から約60%、好ましくは30%超である。平均細孔径は広い範囲から選択できるが、一般に2から30ミクロンである。

【0043】

供給端面15およびレテンテート端面(図示せず)のところでろ液導管13および14を塞ぐのに使用する材料は、モノリス・セグメントの多孔質材料と同じ材料とすることもできるし、または異なる材料とすることもできる。供給材料/レテンテートとろ液導管内のろ液との間に確実なバリヤを提供するため、この閉塞材料は、組成に応じ硬化(キュアリング)または焼成によって硬化させることができる。装置の端面のところでろ液導管を塞ぐのに使用する材料、およびモノリス・セグメント11を一体に接合するのに使用するセメント19が、モノリス・セグメント自体と同じ材料であることが好ましい。

10

【0044】

装置10を、図1の線3-3に沿った図2aの断面図に示す。この図は端面から離れた位置でとったものであり、端面のところで導管をシールし、またはモノリス・セグメントを接合するのに使用するセメントが存在しない装置10中の位置の構造におけるろ液導管網を示す。モノリス・セグメント11は、実質的にセグメント11の全長に沿って延びるセグメント内ろ液導管の開いた縦のチャンバ17を含む。チャンバ17は便宜上陰影を付けて示した。線3-3の図ではセグメント間ろ液導管16が開いており、同様に、セグメント11間の縦の空間に沿っても開いている。ただし、セグメント11を接合するセメント線19が存在する位置は例外である。これが図2bに示されている。この図では、セメント線19がセグメント11間のセグメント間ろ液導管を埋めている。

20

【0045】

装置10のセグメント間ろ液導管16は、円筒形装置10の周囲のろ液収集ゾーン31と連絡している。図2aおよび2bに示したセグメント内ろ液導管チャンバは、セグメント間ろ液導管16またはろ液収集ゾーン31のどの部分とも連絡していない。このチャンバ内のろ液は図1に示したチャンネル18に向かって流れる。ろ液は、チャンネル18からセグメント間ろ液導管16へと除去され、ろ液収集ゾーン31へ直接に除去される。

【0046】

図3の装置20は別の装置であり、図2aの装置10の断面図に類似の断面図、すなわち装置の端のところで導管を塞ぎ、またはモノリス・セグメントを互いに接合するセメントが存在しない装置中の位置における断面図として示されている。この装置の構造は、9つのモノリス・セグメントから成る。中央のコア・モノリス・セグメント41が、8つのモノリス・セグメント42から成るセグメント環によって取り囲まれている。セグメント間ろ液導管構造46は、中央コア・モノリス・セグメント41の周囲の環状空間および環モノリス・セグメント42間の空間から成る。それぞれのモノリス・セグメント41および42は、セグメントのセグメント内ろ液導管の一部として、便宜上陰影を付けて示した一列の縦のチャンバ45を有する。セグメント間ろ液導管46は、この円筒構造の周囲に沿って配置されたるろ液収集ゾーン31と連絡している。環セグメントのセグメント内ろ液チャンバは、装置10のセグメント内ろ液チャンバと全く同様の方法で、装置20の一方または両方の端面にあるチャンネルと連絡している。環セグメント42のセグメント内ろ液導管のチャンネル部分(図示せず)およびコア・セグメント41のセグメント内ろ液導管チャンネルは、コア・セグメント41を取り囲む構造内部のセグメント間ろ液導管の環状部分に排液することにより、ろ液収集ゾーンと連絡する。コア・セグメントのセグメント内導管チャンネルは、ろ液をもっぱらセグメント間ろ液導管に排出し、一方、環セグメント42中のチャンネルはさらに、構造から外側に向かってろ液収集ゾーン31に直接に排出することができる。

30

40

【0047】

ハウジングおよび端部管継手を外した装置10を図4に示す。セグメント11は互いに接合され、一体構造51を形成する。セグメント11を接合するセメント19は、セグメ

50

ント間ろ液導管の一部分に沿って一連のセメント線として塗布される。この図では一例として5本のセメント線が示されている。セメントの量は、セグメント間ろ液導管内のろ液の流れを過度に妨げることのないよう十分に少なくすべきである。ただしセメントの量は、使用中に加えられる機械力に構造が耐え得るだけの接合強度が得られる十分なものでなければならない。セメントは、多孔質材料と同じ材料であることが好ましく、多孔質材料がセラミックである場合には、このセメントを、モノリス・セグメントを焼成する前に塗布された同じセラミック材料とすることができる。これによって均一な組成の構造が得られる。

【0048】

モノリス・セグメント11間の縦の空間16は、セグメント間ろ液導管の一部を形成する。このセグメント間導管は、4つのモノリス・セグメント間を縦に走る直交した2つの平面の形態をなす。供給端面15およびレテンテート端面53（セメント線は示されていない）のところでセグメント間導管を供給材料から隔離するため、この空間の端は塞がれる13。4つのモノリス・セグメント11はセグメント内導管をそれぞれ有する。

【0049】

それぞれのセグメント内導管は、セグメントを横切って延びる一列の通路17（図面に垂直。破線で示されている）を含む。これらの通路を、ろ液収集ゾーン31および装置内部に配置されたセグメント間導管16に向かっている液を導くチャネルを形成するスロット18が横断している。供給材料とろ液の混合を防ぐため、このスロットは供給端面のところが塞がれている13。この例では、レテンテート端面53のところにスロットが形成されていないが、この端面を供給端面と全く同じに処理することができる。セグメント間ろ液導管に使用される通路17の端52は、装置のレテンテート端面から隔離されたチャンバが形成されるよう、レテンテート端面53のところで塞いだほうがよい。

【0050】

図1では、この一体構造が、供給材料およびレテンテートからろ液を隔離するシールを提供するリング・シール21および22を用いて装置10のそれぞれの端部に端部リング26を接合することによってハウジング25内に取り付けられている。代替として、端部リング26を接合する代わりにエラストマー・ブーツを使用することもできる。このブーツは、図1のリング21および22のシールと類似のシールを形成するように装置の端部の上に取り付けられる。装置およびブーツをハウジング25に挿入すると、ブーツの外周とハウジング25の内面の間、およびブーツの端面とエンド・キャップ28の間に圧縮シールが形成される。

【0051】

モノリス・セグメント11または41、42、あるいはその他の形状物を、個々のセグメント（すなわち一体構造に接合されていないセグメント）をその端部のところでチューブ・シート内に取り付けることによって、個々のセグメントとして1つの構造に組み立てることもできる。チューブ・シートはセグメントの形状と共形の空洞を有する。空洞中のセグメントのシールは、いくつかの手段によって実施することができる。1つの手段は、チューブ・シートの空洞の両端またはセグメントの外端面に取り付けたエラストマーまたは金属製のリングまたは類似のシールを使用するものである。他の手段は、セグメントの端部上に滑らせたゴム製のブーツ・シールを使用するものである。セグメントをチューブ・シート空洞に挿入するとブーツは圧縮され、シールが形成される。他のシール手段は、有機接着剤または無機セメントを用いてセグメントの両端をチューブ・シートの空洞中に接合するものである。チューブ・シートはリング・シールによって、図1に示した技法と類似の方法でハウジングの内面に対してシールすることができる。

【0052】

本発明に基づく装置は、5.08cm（2インチ）から17.78cm（7インチ）の間、好ましくは7.62cm（3インチ）から15.24cm（6インチ）の間の特性寸法（セグメントの軸に垂直な最大寸法）を有するモノリス・セグメントを使用して構築される。この特性寸法のモノリス・セグメントは、モノリス材料および通路の構造に応じて

10

20

30

40

50

押出し、乾燥および焼結、あるいは低～中程度のコストおよび高歩留まりの他の方法で生産することができる。これよりも大きな特性寸法のセグメントでは生産コストが非常に高くなり、これよりも小さな特性寸法のモノリスでは、多モノリス装置に組み立てるのにコストがかかる。また、これよりも小さな特性寸法のセグメントは一般に、ろ液を効率的に除去するためのセグメント内ろ液導管を必要としない。セグメント内ろ液導管が必要となる小径のセグメントの特性寸法は、セグメントの単位体積あたりの通路面積に関係する。面積/体積比セグメント 1 m^3 あたり約 328 m^2 (1立方フィートあたり100平方フィート) において、クロスフローろ過装置に使用される一般的な多孔質材料でろ液を効率的に除去できる最大特性寸法は 5.08 cm (2インチ) 以下である。

【0053】

本発明に基づく装置の特徴は、単位装置体積あたりの通路表面積を大きくできることである。このような高表面積装置はこれまで、1988年11月1日発行の米国特許第4781831号、1991年4月23日発行の同第5009781号、および1992年4月28日発行の同第5108601号に開示された Goldsmith のモノリス装置を使用してしか実現できなかった。これらの従来技術の装置は、1つまたは少数のセグメント内ろ液導管を含み、セグメントがきちりとパックされたアレイに束ねられた中間的なサイズのモノリス・セグメントを使用する有益について開示も予想もしていない。このアレイは、高い単位装置体積あたり通路表面積、一般に装置 1 m^3 あたり約 328 m^2 (1立方フィートあたり100平方フィート) を超える通路壁面積を有するように製作することができる。セグメントのサイズの正確な選択によっては、それぞれのセグメントがセグメント内ろ液導管を含む必要がない場合もあるが、それぞれが少なくとも1つのセグメント内ろ液導管を有する、匹敵する断面寸法の複数のセグメントを使用したほうが有利である。

【0054】

本明細書に開示した装置は、4つのセグメントから成り、コア・モノリスを欠く第1のアレイ、ならびにコア・モノリスおよび8つの環モノリスの1セットを有する第2のアレイの形態のモノリス・セグメントを使用する。前者のケースでは、4つよりも少ない、または4つよりも多いセグメントを使用することができる。第2のケースでは、8つよりも少ない、または8つよりも多い環セグメントを使用することができる。さらに、複数のセグメント環を使用することができ、これによってより小さなセグメントのアレイから非常に大きな直径の装置を有利に形成することができる。

【0055】

ろ液は、ろ液導管網から装置の外部のろ液収集ゾーンに移動する。ろ液収集ゾーンは、参照によって本明細書に組み込まれる1988年11月1日発行の米国特許番号第4781831号、1991年4月23日発行の第5009781号、および1992年4月28日発行の第5108601号に記載されているように、装置の1つまたは複数の側面に沿って、あるいはモノリスの一端または両端に配置することができる。

【0056】

この開示では円筒構造の多モノリス・セグメントを記述したが、正方形、長方形、多辺形など、他の形状を使用することもできることを認知されたい。さらに、円形、三角形など正方形以外の通路形状、および六角形など正方形配置以外のアレイを使用することもできる。本発明の固有の特徴だけを図面に示し、その他のものは図示しなかったが、それぞれの特徴は、本発明に基づく他の任意の特徴または他の全ての特徴と組み合わせることができるので、これは単に便宜上のことである。

【0057】

以上にクロスフローろ過装置を記載したが、この用語が、供給材料の導入ならびにレテンテートおよびろ液の回収が可能な構造を有する装置を記述するものであることを認知されたい。この構造を、クロスフロー・モード、またはレテンテート流が全くまたはごく少量しか回収されないデッドエンド・モードで作動させることができることを認知されたい。

10

20

30

40

50

【図面の簡単な説明】

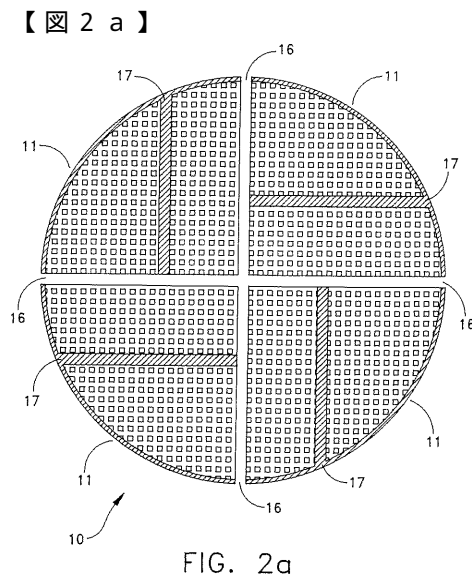
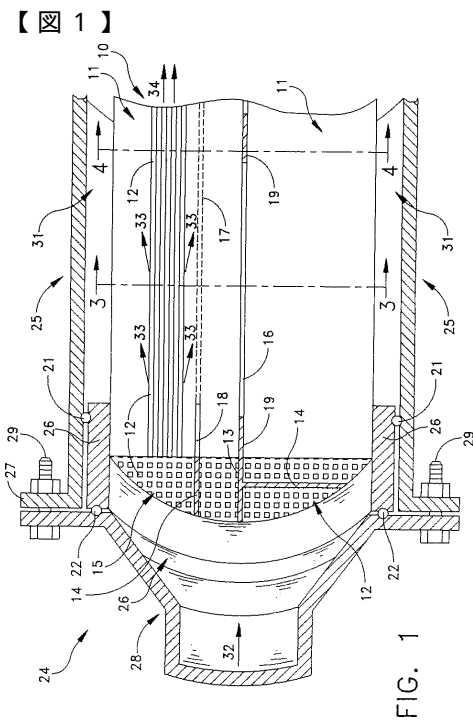
【図1】 一体構造に接合された4つのモノリス・セグメントから形成された本発明に基づくクロスフローろ過装置およびクロスフローろ過器の概略図である。この装置は、端接続およびシールを有するハウジングの中に含まれる。

【図2 a】 図1の線3 - 3に沿った図1のクロスフローろ過装置の断面図である。

【図2 b】 図1の線4 - 4に沿った図1のクロスフローろ過装置の断面図である。

【図3】 図2 aに示した4セグメント型装置の断面図に類似した、9モノリス型クロスフローろ過装置の断面図である。

【図4】 4つのモノリス・セグメントから形成された一体装置構造を示す、図1のクロスフローろ過装置の概略図である。



【 図 2 b 】

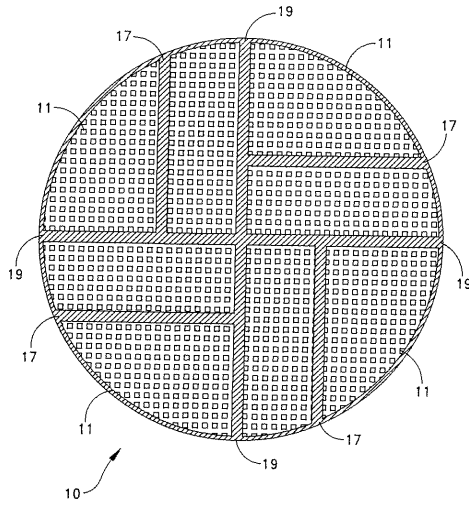


FIG. 2b

【 図 3 】

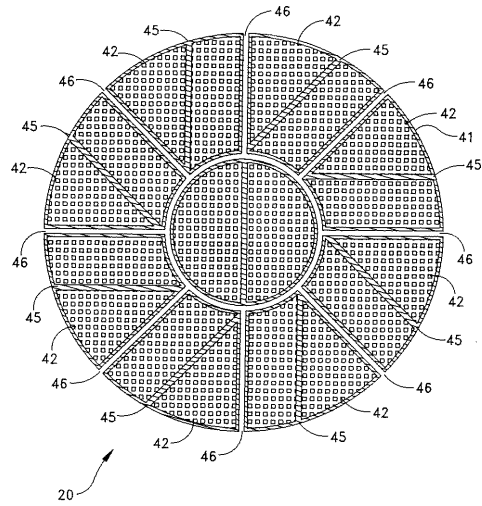


FIG. 3

【 図 4 】

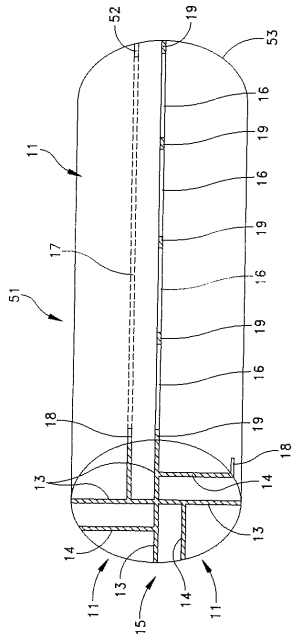


FIG. 4

フロントページの続き

(74)代理人 100087217

弁理士 吉田 裕

(74)代理人 100160266

弁理士 橋本 裕之

(74)復代理人 100123180

弁理士 白江 克則

(72)発明者 ストッベ、ペル

デンマーク国 フレデリクスベルグ、プリンセス マリーズ アレー 17

(72)発明者 ビショップ、ブルース、エイ

アメリカ合衆国 マサチューセッツ、アーリントン、キルシス ロード 48

(72)発明者 ゴールドスミス、ロバート、エル

アメリカ合衆国 マサチューセッツ、ウェイランド、コンコード ロード 235

合議体

審判長 豊原 邦雄

審判官 長屋 陽二郎

審判官 藤井 眞吾

(56)参考文献 特表平(J P , A) 1 - 5 0 1 5 3 4

特開平(J P , A) 6 - 8 6 9 1 8

特開平(J P , A) 6 - 9 9 0 3 9

特開平(J P , A) 9 - 3 1 3 8 3 1

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

B01D 29/00

B01D 39/00

B61D 61/00