

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第2部門第1区分

【発行日】平成21年9月17日(2009.9.17)

【公表番号】特表2009-502473(P2009-502473A)

【公表日】平成21年1月29日(2009.1.29)

【年通号数】公開・登録公報2009-004

【出願番号】特願2008-523845(P2008-523845)

【国際特許分類】

B 0 1 D 67/00 (2006.01)

C 0 9 K 13/02 (2006.01)

B 0 1 D 71/34 (2006.01)

【F I】

B 0 1 D 67/00

C 0 9 K 13/02

B 0 1 D 71/34

【手続補正書】

【提出日】平成21年7月27日(2009.7.27)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

流体からの物質の分離に有益な多孔性トラック膜の製造方法であって、

a) ポリマーフィルムを重イオンの衝撃に暴露してトラック密度を有するフィルムを得る工程、

b) 得られるトラックドフィルムを複数の別々の部分に切断する工程、

c) 前記トラックドフィルムの別々の部分の少なくとも一つを、前記フィルムの一端を第一の支持体に固定し、前記フィルムの他端を第二の支持体に固定し、次いで前記支持体の少なくとも一つを前記フィルムの予備延伸を得る方法で移動させることにより、カセット中に配置する工程、

d) 100 ~ 150 の範囲の温度でエッチング液を用いて、得られたトラックドフィルム中の孔をエッチングする工程であって、前記エッチング液がアルカリ性溶液であり、次いで100 ~ 500の範囲のレイノルズ数を生じる流量で前記エッチング液をエッチングフィルムの上でかつエッチングフィルムと接触させて循環させ、トラック密度に相当する孔の密度を有するフィルムを得る工程、

を含むことを特徴とする方法。

【請求項2】

前記重イオンがクリプトン、アルゴン、キセノン、ビスマス、及びこれらの組み合わせからなるイオンの群から選ばれる、請求項1記載の方法。

【請求項3】

前記トラック密度が約 10^7 cm^{-2} ~ 約 10^9 cm^{-2} の範囲である、請求項1記載の方法。

【請求項4】

前記孔の直径が約 $0.01 \mu\text{m}$ ~ 約 $1 \mu\text{m}$ の範囲である、請求項1記載の方法。

【請求項5】

前記ポリマーフィルムがフルオロポリマーフィルムである、請求項1記載の方法。

【請求項6】

前記フルオロポリマーフィルムがポリフッ化ビニリデンである、請求項5記載の方法。

【請求項7】

前記アルカリ性溶液が過マンガン酸カリウムのアルカリ性溶液である、請求項6記載の方法。

【請求項8】

前記アルカリ性溶液がまた得られるアルカリ金属含有溶液の沸点を上昇するのに十分な濃度のアルカリ金属の塩を含む、請求項7記載の方法。

【請求項9】

前記アルカリ金属塩が塩化ナトリウムである、請求項8記載の方法。

【請求項10】

前記エッチングを約1時間～約24時間の範囲の期間にわたって行なう、請求項8記載の方法。

【請求項11】

少なくとも温度、流量及び時間を調節し、その結果、エッチング工程が以下の式により表される条件下で行われる、請求項10記載の方法；

$$N \cdot Q \cdot C_s \cdot T$$

(式中、Nはプレヒーターの出力(W)であり、
Qはエッチング溶液の流量(m³/s)であり、
C_sはその溶液の比熱(J/(m³・K))であり、
Tは1°K以下である。)

【請求項12】

カセットをエッチング液に入れる、請求項1記載の方法。

【請求項13】

流体からの物質の分離に有益な多孔性トラック膜の製造方法であって、

a) ポリマーフィルムの連続ロールを重イオンの衝撃に暴露してトラック密度を有するフィルムを得る工程、及び

b) 100～150の範囲における温度で、かつ100～500の範囲におけるレイノルズ数を維持する流量条件下で、トラックドフィルムの連続ロールがエッチング液中を通る際にトラックドフィルムの連続ロールをエッチングして、トラック密度に相当する孔密度を有するフィルムの部分を得る工程であって、前記エッチング溶液がアルカリ性溶液である工程、を含むことを特徴とする方法。

【請求項14】

前記重イオンがクリプトン、アルゴン、キセノン、ビスマス、及びこれらの組み合わせからなるイオンの群から選ばれる、請求項13記載の方法。

【請求項15】

前記トラック密度が10⁷cm⁻²～10⁹cm⁻²の範囲である、請求項14記載の方法。

【請求項16】

前記孔の直径が0.01μm～1μmの範囲である、請求項15記載の方法。

【請求項17】

前記ポリマーフィルムがポリフッ化ビニリデンである、請求項16記載の方法。

【請求項18】

前記アルカリ性溶液が過マンガン酸カリウム溶液である、請求項17記載の方法。

【請求項19】

前記アルカリ性溶液が、得られるアルカリ金属含有溶液の沸点を約100～約150の範囲の温度に上昇するのに十分な濃度のアルカリ金属の塩を含む、請求項18記載の方法。

【請求項20】

前記エッチングを1時間～24時間の範囲の期間にわたって行なう、請求項19記載の方法。

【請求項21】

少なくとも温度、流量及び時間を調節し、その結果、エッチング工程が以下の式により

表される条件下で行われる、請求項 2 0 記載の方法；

$$N \cdot Q \cdot C_s \cdot T$$

(式中、Nはプレヒーターの出力(W)であり、
Qはエッチング溶液の流量(m³/s)であり、
C_sはその溶液の比熱(J/(m³・K))であり、
Tは1°K以下である。)

【請求項 2 2】

前記アルカリ金属塩が塩化ナトリウムである、請求項 2 1 記載の方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 0 7】

エッチング工程における別の变化は乱流を維持する条件下でアルカリ性溶液をPVDFと接触して通すことである。これは約100から約500までの範囲のレイノルズ数でエッチング液をPVDFフィルムの上に循環することにより達成される。このような流量で、フィルムと接触する溶液の温度勾配が実質的にゼロに低下され、エッチングの速度がフィルム表面の全てのトラックにつき実質的に一様である。それ故、これらの流量は完成された多孔性トラック膜における孔直径分布の範囲の狭くなることをもたらす。

エッチング工程は約1時間～約24時間の範囲の期間にわたって行なわれるが、約3～9時間の一層短い期間が過マンガン酸カリウムのアルカリ性溶液につき推奨される。正確なエッチング時間は孔の必要とされる直径及びフィルムの厚さに依存する。

一層長いエッチング期間では、二酸化マンガンがエッチング反応の結果として生成され、フィルム表面に付着されることがわかった。二酸化マンガン付着は反応ゾーンへのエッチング液の接近を妨げ、低下された反応速度をもたらす。エッチング液を先に示されたような乱流条件下でエッチング浴中で循環することにより、沈降する反応生成物がフィルム表面から少なくとも部分的に洗い去られ、反応速度が全エッチング工程中にほぼ一定に留まる。

上記されたように温度、流量及び時間のプロセス条件を制御することにより、エッチング工程が実質的な過熱を生じないで行なわれることがわかった。実質的な過熱を生じないエッチングは過熱のないことと定義され、又はエッチング液の過熱が生じるとしても、それは1以下である。これらの条件は下記の式で表し得る。

$$N \cdot I_{toreq} \cdot Q \cdot C_s \cdot T$$

式中、Nはプレヒーターの出力(W)であり、
Qはエッチング溶液の流量(m³/s)であり、
C_sはその溶液の比熱(J/(m³・K))であり、
Tはその溶液の過熱(K)である。

Tが1 又は°K以下に維持される場合、N・I_{toreq}・Q・C_sである。

時間及び温度の間隔は以下の因子により決められる。エッチングは100より下の温度で行なわれないことが好ましい。何とならば、エッチング時間がかなり増大し、低いプロセス効率をもたらすからである。他方で、アルカリ塩の添加の提案された方法を使用して120より上の温度を得ることは困難である。エッチング時間が約1時間以下である場合、孔が膜に形成されない。エッチング時間が24時間の特定範囲より長い場合、好ましい効果の更なる増大がない。加えて、高多孔性膜は所望の範囲外のエッチング時間に暴露された後にそれらの機械的性質を失うであろう。

これらの最適のプロセス条件を維持することの結果は半透過性膜、即ち、多孔性膜の高品質である。本発明の方法により製造された多孔性トラック膜の特性の一つは得られる多孔性膜が分離系におけるそれらの有益な寿命中、即ち、膜が交換される必要がある前の通常平均約6ヶ月中に同じ最大孔直径を維持することである。