

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2005-523801

(P2005-523801A)

(43) 公表日 平成17年8月11日(2005.8.11)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
BO1D 65/00	BO1D 65/00	4D006
BO1D 61/12	BO1D 61/12	
BO1D 61/22	BO1D 61/22	
BO1D 61/32	BO1D 61/32	
BO1D 61/36	BO1D 61/36	

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 40 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2003-579973 (P2003-579973)	(71) 出願人	503270032
(86) (22) 出願日	平成15年1月15日 (2003. 1. 15)		ナルコ カンパニー
(85) 翻訳文提出日	平成16年11月26日 (2004. 11. 26)		NALCO COMPANY
(86) 国際出願番号	PCT/US2003/001209		アメリカ合衆国, 60563-1198
(87) 国際公開番号	W02003/082450		イリノイ州, ネイパーヴィル, ダブリュ.
(87) 国際公開日	平成15年10月9日 (2003. 10. 9)		ディール ロード 1601
(31) 優先権主張番号	10/109, 260		1601 W. Diehl Road, N
(32) 優先日	平成14年3月28日 (2002. 3. 28)		aperville, IL 60563-
(33) 優先権主張国	米国 (US)		1198, United States
			of America
		(74) 代理人	100104499
			弁理士 岸本 達人
		(74) 代理人	100101203
			弁理士 山下 昭彦

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 膜分離プロセスのモニタリングシステム

(57) 【要約】

【課題】

【解決手段】 膜分離システム又はプロセスをモニタリング及び/又はコントロールする方法及びシステムを提供する。本発明は、それらの性能を最適化できるように、膜分離に固有の一以上のパラメータを評価及び/又はコントロールするために、供給流中に添加された不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の測定可能な量を利用する。本発明における方法及びシステムを、原水処理及び排水処理を含む様々な工業的な応用において、利用することが可能である。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

膜分離プロセスのモニタリング方法であって、1つの供給流を、少なくとも第一流及び第二流に分離し、供給流から溶質を除去することが可能な膜を含み：

不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を準備し；

前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を前記供給流中に導入し；

前記供給流、前記第一流、及び前記第二流のうち少なくとも一つの中に、前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の蛍光信号を検知するための蛍光光度計を備え付け；

前記蛍光光度計を使用して、前記供給流、前記第一流、及び前記第二流のうち少なくとも一つにおける、前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の量を測定する；工程からなる方法。

10

【請求項 2】

請求項 1 に記載の方法であって、更に、測定される前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の量に基づいて前記膜分離プロセスに固有のプロセスパラメータを評価する工程からなる方法。

【請求項 3】

請求項 1 に記載の方法であって、前記膜分離プロセスがクロスフロー膜分離プロセス及びデッドエンドフロー膜分離プロセスからなる群より選択される方法。

【請求項 4】

請求項 3 に記載の方法であって、前記膜分離プロセスが逆浸透、限外ろ過、精密ろ過、ナノろ過、電気透析、電氣的脱イオン化、パーペレーション、膜抽出、膜蒸留、メンブレンストリッピング、及びそれらの組み合わせからなる群より選択される方法。

20

【請求項 5】

請求項 3 に記載の方法であって、前記膜分離プロセスが逆浸透、限外ろ過、精密ろ過及びナノろ過からなる群から選択される方法。

【請求項 6】

請求項 3 に記載の方法であって、前記不活性蛍光トレーサーが、3, 6 - アクリジンジ
アミン, N, N, N, N - テトラメチル -, 一塩酸塩；2 - アントラセンスルホン酸
ナトリウム塩；1, 5 - アントラセンジスルホン酸；2, 6 - アントラセンジスルホン酸
；1, 8 - アントラセンジスルホン酸；アントラ[9, 1, 2 - c d e]ベンゾ[r s t]
]ペンタフェン - 5, 10 - ジオール, 16, 17 - ジメトキシ - ビス(硫酸水素), 二
ナトリウム塩；バソフェナントロリンジスルホン酸二ナトリウム塩；アミノ 2, 5 - ベン
ゼンジスルホン酸；2 - (4 - アミノフェニル) - 6 - メチルベンゾチアゾール；1 H -
ベンズ[d e]イソキノリン - 5 - スルホン酸, 6 - アミノ - 2, 3 - ジヒドロ - 2 - (4 -
メチルフェニル) - 1, 3 - ジオキソ -, 一ナトリウム塩；フェノキサジン - 5 - イ
ウム, 1 - (アミノカルボニル) - 7 - (ジエチルアミノ) - 3, 4 - ジヒドロキシ -,
クロライド；ベンゾ[a]フェノキサジン - 7 - イウム, 5, 9 - ジアミノ -, アセテ
ート；

30

4 - ジベンゾフランスルホン酸；3 - ジベンゾフランスルホン酸；1 - エチルキナルジ
ウムアイオダイド；フルオレセイン；フルオレセイン, ナトリウム塩；キーフルオロホワ
イト S T；ベンゼンスルホン酸, 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル)ビス[5 - [[4
- [ビス(2 - ヒドロキシエチル)アミノ] - 6 - [(4 - スルホフェニル)アミノ] -
1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル]アミノ] -, テトラナトリウム塩；C . I . フルオ
レセントブライトナー 230；ベンゼンスルホン酸, 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル
)ビス[5 - [[4 - [ビス(2 - ヒドロキシエチル)アミノ] - 6 - [(4 - スルホフ
ェニル)アミノ] 1, 3, 5 - トリアジン - 2 イル]アミノ] - 四ナトリウム塩；9, 9
- バイアクリジニウム, 10, 10 - ジメチル -, 二硝酸塩；1 - デオキシ - 1 - (3,
4 - ジヒドロ - 7, 8 - ジメチル - 2, 4 - ジオキソベンゾ[g]プテリジン - 10
(2 H) - イル) - リピトール；以下に挙げるものからなる群より選択される、ナフタレ

40

50

ンモノ - , ジ - , 又はトリ - スルホン酸、

1 , 5 - ナフタレンジスルホン酸 , ニナトリウム塩 (水和物) ;

2 - アミノ - 1 - ナフタレンスルホン酸 ;

5 - アミノ - 2 - ナフタレンスルホン酸 ;

4 - アミノ - 3 - ヒドロキシ - 1 - ナフタレンスルホン酸 ;

6 - アミノ - 4 - ヒドロキシ - 2 - ナフタレンスルホン酸 ;

7 - アミノ - 1 , 3 - ナフタレンスルホン酸 , カリウム塩 ;

4 - アミノ - 5 - ヒドロキシ - 2 , 7 - ナフタレンジスルホン酸 ;

5 - ジメチルアミノ - 1 - ナフタレンスルホン酸 ;

1 - アミノ - 4 - ナフタレンスルホン酸 ;

1 - アミノ - 7 - ナフタレンスルホン酸 ;

及び、2 , 6 - ナフタレンジカルボン酸 , ニカリウム塩 ; 3 , 4 , 9 , 10 - ペリレンテ

トラカルボン酸 ; C . I . フルオレセントブライトナー 191 ; C . I . フルオレセント

ブライトナー 200 ; ベンゼンスルホン酸 , 2 , 2 - (1 , 2 - エテンジイル) ビス [

5 - (4 - フェニル - 2 H - 1 , 2 , 3 - トリアゾール - 2 - イル) - ニカリウム塩 ; ベ

ンゼンスルホン酸 , 5 - (2 H - ナフト [1 , 2 - d] トリアゾール - 2 - イル) - 2 -

(2 - フェニルエテニル) - , ナトリウム塩 ; 1 , 3 , 6 , 8 - ピレンテトラスルホン酸

, 四ナトリウム塩 ; ピラニン ; キノリン ; 3 H - フェノキサジン - 3 - オン , 7 - ヒドロ

キシ - , 10 - 酸化物 ; キサンチリウム , 9 - (2 , 4 - ジカルボキシフェニル) - 3 ,

6 - ビス (ジエチルアミノ) - , クロライド , ニナトリウム塩 ; フェナジニウム , 3 , 7

- ジアミノ - 2 , 8 - ジメチル - 5 - フェニル - , クロライド ; C . I . フルオレセント

ブライトナー 235 ; ベンゼンスルホン酸 , 2 , 2 - (1 , 2 - エテンジイル) ビス (

5 - [[4 - [ビス (2 - ヒドロキシエチル) アミノ] - 6 - [(4 - スルホフェニル)

アミノ] - 1 , 3 , 5 - トリアジン - 2 - イル] アミノ] - , 四ナトリウム塩 ; ベンゼン

スルホン酸 , 2 , 2 - (1 , 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [(2 - ヒドロキ

シプロピル) アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1 , 3 , 5 - トリアジン - 2 - イル]

アミノ] - , ニナトリウム塩 ; キサンチリウム , 3 , 6 - ビス (ジエチルアミノ) - 9 -

(2 , 4 - ジスルホフェニル) - , 分子内塩 , ナトリウム塩 ; ベンゼンスルホン酸 , 2 ,

2 - (1 , 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [(アミノメチル) (2 - ヒドロキ

シエチル) アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1 , 3 , 5 - トリアジン - 2 - イル] ア

ミノ] - , ニナトリウム塩 ; チノボル DCS ; ベンゼンスルホン酸 , 2 , 2 - ([1 ,

1 - ビフェニル] - 4 , 4 - ジイルジ - 2 , 1 - エテンジイル) ビス - , ニナトリウ

ム塩 ; ベンゼンスルホン酸 , 5 - (2 H - ナフト [1 , 2 - d] トリアゾール - 2 - イル

) - 2 - (2 - フェニルエテニル) - , ナトリウム塩 ; 7 - ベンゾチアゾールスルホン酸

, 2 , 2 - (1 - トリアゼン - 1 , 3 - ジイルジ - 4 , 1 - フェニレン) ビス [6 - メ

チル - , ナトリウム塩 ; 及びその全てのアンモニウム、カリウム、ナトリウム塩、及び全

ての類似薬剤、及びそれらの混合物の全て、からなる群より選択される方法。

【請求項 7】

請求項 1 に記載の方法であって、前記不活性蛍光トレーサーが、1 - デオキシ - 1 - (

3 , 4 - ヒドロ - 7 , 8 - ジメチル - 2 , 4 - ジオキソベンゾ [g] プテリジン - 10 (

2 H) - イル) - D リピトール ; フルオレセイン ; フルオレセイン , ナトリウム塩 ; 2

- アントラセンスルホン酸ナトリウム塩 ; 1 , 5 - アントラセンジスルホン酸 ; 2 , 6 -

アントラセンジスルホン酸 ; 1 , 8 - アントラセンジスルホン酸 ; 以下に挙げるものから

なる群から選択されるナフタレンモノ - , ジ - , 又はトリ - スルホン酸、

1 , 5 - ナフタレンジスルホン酸 , ニナトリウム塩 (水和物) ;

2 - アミノ - 1 - ナフタレンスルホン酸 ;

5 - アミノ - 2 - ナフタレンスルホン酸 ;

4 - アミノ - 3 - ヒドロキシ - 1 - ナフタレンスルホン酸 ;

6 - アミノ - 4 - ヒドロキシ - 2 - ナフタレンスルホン酸 ;

7 - アミノ - 1 , 3 - ナフタレンスルホン酸 , カリウム塩 ;

10

20

30

40

50

4 - アミノ - 5 - ヒドロキシ - 2 , 7 - ナフタレンジスルホン酸 ;

5 - ジメチルアミノ - 1 - ナフタレンスルホン酸 ;

1 - アミノ - 4 - ナフタレンスルホン酸 ;

1 - アミノ - 7 - ナフタレンスルホン酸 ;

及び 2 , 6 - ナフタレンジカルボン酸 , ニカリウム塩 ; 3 , 4 , 9 , 10 - ペリレンテトラカルボン酸 ; C . I . フルオレセントブライトナー 191 ; C . I . フルオレセントブライトナー 200 ; ベンゼンスルホン酸 , 2 , 2' - (1 , 2 - エテンジイル) ビス [5 - (4 - フェニル - 2 H - 1 , 2 , 3 - トリアゾール - 2 - イル) - ニカリウム塩 ; ベンゼンスルホン酸 , 5 - (2 H - ナフト [1 , 2 - d] トリアゾール - 2 - イル) - 2 - (2 - フェニルエテニル) - , ナトリウム塩 ; 1 , 3 , 6 , 8 - ピレンテトラスルホン酸 , 四ナトリウム塩 ; ピラニリン ; キノリン ; 3 H - フェノキサジン - 3 - オン , 7 - ヒドロキシ - , 10 - 酸化物 ; キサンチリウム , 9 - (2 , 4 - ジカルボキシフェニル) - 3 , 6 - ビス (ジエチルアミノ) - , クロライド , ニナトリウム塩 ; フェナジニウム , 3 , 7 - ジアミノ - 2 , 8 - ジメチル - 5 - フェニル - , クロライド ; C . I . フルオレセントブライトナー 235 ; ベンゼンスルホン酸 , 2 , 2' - (1 , 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [ビス (2 - ヒドロキシエチル) アミノ] - 6 - [(4 - スルホフェニル) アミノ] - 1 , 3 , 5 - トリアジン - 2 - イル] アミノ] - , 四ナトリウム塩 ; ベンゼンスルホン酸 , 2 , 2' - (1 , 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [(2 - ヒドロキシプロピル) アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1 , 3 , 5 - トリアジン - 2 - イル] アミノ] - , ニナトリウム塩 ; キサンチリウム , 3 , 6 - ビス (ジエチルアミノ) - 9 - (2 , 4 - ジスルホフェニル) - , 分子内塩 , ナトリウム塩 ; ベンゼンスルホン酸 , 2 , 2' - (1 , 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [(アミノメチル) (2 - ヒドロキシエチル) アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1 , 3 , 5 - トリアジン - 2 - イル] アミノ] - , ニナトリウム塩 ; チノポル DCS ; ベンゼンスルホン酸 , 2 , 2' - ([1 , 1' - ビフェニル] - 4 , 4' - ジイルジ - 2 , 1 - エテンジイル) ビス - , ニナトリウム塩 ; ベンゼンスルホン酸 , 5 - (2 H - ナフト [1 , 2 - d] トリアゾール - 2 - イル) - 2 - (2 - フェニルエテニル) - , ナトリウム塩 ; 7 - ベンゾチアゾールスルホン酸 , 2 , 2' - (1 - トリアゼン - 1 , 3 - ジイルジ - 4 , 1 - フェニレン) ビス [6 - メチル - , ニナトリウム塩 ; 及びその全てのアンモニウム、カリウム、ナトリウム塩、及びそれらの混合物の全て、からなる群より選択される方法。

【請求項 8】

請求項 1 に記載の方法であって、前記不活性蛍光トレーサーが 1 , 3 , 6 , 8 - ピレンテトラスルホン酸四ナトリウム塩 ; 1 , 5 - ナフタレンジスルホン酸ニナトリウム塩 (水和物) ; キサンチリウム , 9 - (2 , 4 - ジカルボキシフェニル) - 3 , 6 - ビス (ジエチルアミノ) - , クロライド , ニナトリウム塩 ; 1 - デオキシ - 1 - (3 , 4 - ジヒドロ - 7 , 8 - ジメチル - 2 , 4 - ジオキソベンゾ [g] プテリジン - 10 (2 H) - イル) - D - リピトール ; フルオレセイン ; フルオレセイン , ナトリウム塩 ; 2 - アントラセンスルホン酸ナトリウム塩 ; 1 , 5 - アントラセンジスルホン酸 ; 2 , 6 - アントラセンジスルホン酸 ; 1 , 8 - アントラセンジスルホン酸 ; 及びそれらの混合物からなる群より選択される方法。

【請求項 9】

請求項 1 に記載の方法であって、前記標識蛍光剤が少なくとも一つの蛍光基で標識された水溶性ポリマーからなる標識蛍光剤である方法。

【請求項 10】

請求項 9 に記載の方法であって、前記蛍光基が、ヒドロキシアリルオキシプロピルナフトアルイミドクワット、4 - メトキシ - N - (3 - N - N - ジメチルアミノプロピル) ナフトアルイミド、2 - ヒドロキシ - 3 - アリルオキシプロピルクワット、8 - (3 - ビニルベンジルオキシ) - 1 , 3 , 6 - ピレントリスルホン酸、8 - (4 - ビニルベンジルオキシ) - 1 , 3 , 6 - ピレントリスルホン酸、8 - (アリルオキシ) - 1 , 3 , 6 - ピレントリスルホン酸、1 - (置換) ナフタレン、9 - (置換) アントラセン、2 - (置換) キ

10

20

30

40

50

ノリンモノヒドロクロライド、2 - (置換)ベンズイミダゾール、5 - (置換)フルオレセイン、4 - (置換)クマリン、クマリン誘導体、3 - (置換) - 6, 7 - ジメトキシ - 1 - メチル - 2 (1H) - キノキサゾキンオン、それらの混合物、及びそれらの誘導体からなる群より選択される方法。

【請求項 1 1】

請求項 9 に記載の方法であって、前記水溶性ポリマーが、アクリルアミド、アクリル酸、メチルアクリルアミド、ビニルアセテート、ジメチルアミノエチルアクリレートメチルクロライド第 4 級塩、ジメチルアミノエチルアクリレートベンジルクロライド第 4 級塩、ジアリルジメチルアンモニウムクロライド、N - ビニルホルムアミド、ジメチルアミノエチルメタクリレートメチルクロライド第 4 級塩、ジメチルアミノエチルメタクリレートベンジルクロライド第 4 級塩、メタクリルアミノプロピルトリメチルアンモニウムクロライド、アクリルアミドプロピルトリメチルアンモニウムクロライド、及びそれらの組み合わせからなる群より選択されるモノマーからなる方法。

10

【請求項 1 2】

請求項 1 に記載の方法であって、前記標識蛍光剤が、コポリマーの重量の約 2 % 以下の量の、ヒドロキシアリルオキシプロピルナフタイミドクワットで標識される、アクリレート及びアクリルアミドのコポリマーからなる方法。

【請求項 1 3】

請求項 1 に記載の方法であって、前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤がそれぞれ約 5 ppt から約 1000 ppm の量の範囲で供給流に導入される方法。

20

【請求項 1 4】

請求項 1 に記載の方法であって、前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤がそれぞれ約 1 ppb から約 50 ppm の量の範囲で供給流に導入される方法。

【請求項 1 5】

請求項 1 に記載の方法であって、前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤がそれぞれ約 5 ppb から約 50 ppb の量の範囲で供給流に導入される方法。

【請求項 1 6】

請求項 1 に記載の方法であって、不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤が、供給流への添加の前にスケーリング及び/又は付着物を処理することが可能な処方物へ添加される方法。

30

【請求項 1 7】

工業プロセスにおける使用に適する、水精製プロセスの膜分離システムのモニタリング方法であって、供給流から溶質を除去することが可能な膜を含み；

不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を前記供給流へ添加し；

前記膜を前記供給流と接触させ；

前記供給流を透過流と濃縮流に分離して溶質を前記供給流から除去し；

前記供給流、前記透過流、及び前記濃縮流のうち少なくとも一つの中に、

前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の蛍光信号を検知する、蛍光光度計を備え付け；

前記蛍光光度計を使用して、前記供給流、前記透過流、及び前記濃縮流のうち少なくとも一つにおいて前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の量を測定し；

40

前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の測定可能な量に基づき前記標識蛍光剤に対する前記不活性蛍光トレーサーの比を決定する；工程からなる方法。

【請求項 1 8】

請求項 1 7 に記載の方法であって、更に、前記の比に基づき、前記供給流からの溶質の除去を評価する工程からなる方法。

【請求項 1 9】

請求項 1 7 に記載の方法であって、前記工業プロセスが原水プロセス、排水プロセス、工業用水プロセス、上水道処理、食料及び飲料プロセス、製薬プロセス、電気機器の製造、ユティリティオペレーションズ (utility operations)、パルプ及び紙プロセス、採鉱及

50

び鉍物プロセス、輸送関連プロセス、織物プロセス、めっき及び金属加工プロセス、洗濯及び清掃プロセス、皮革及びなめしプロセス、塗装プロセスからなる群から選択される方法。

【請求項 20】

請求項 17 に記載の方法であって、前記膜に対してクロスフロー及び垂直な流れ方向のうち少なくとも一つの状態で、前記供給流が前記膜に接触し、供給流から溶質が除去される方法。

【請求項 21】

請求項 17 に記載の方法であって、前記不活性蛍光トレーサーが

3, 6 - アクリジンジアミン, N, N, N, N - テトラメチル -, 一塩酸塩 ; 2 - アン
10
トラセンスルホン酸ナトリウム塩 ; 1, 5 - アントラセンジスルホン酸 ; 2, 6 - アン
トラセンジスルホン酸 ; 1, 8 - アントラセンジスルホン酸 ; アントラ [9, 1, 2 - c
d e] ベンゾ [r s t] ペンタフェン - 5, 10 - ジオール, 16, 17 - ジメトキシ -
ビス (硫酸水素), ニナトリウム塩 ; パソフェナントロリンジスルホン酸ナトリウム塩
; アミノ 2, 5 - ベンゼンジスルホン酸 ; 2 - (4 - アミノフェニル) - 6 - メチルベン
ゾチアゾール ; 1 H - ベンズ [d e] イソキノリン - 5 - スルホン酸, 6 - アミノ - 2,
3 - ジヒドロ - 2 - (4 - メチルフェニル) - 1, 3 - ジオキソ -, ナトリウム塩 ; フ
15
エノキサジン - 5 - イウム, 1 - (アミノカルボニル) - 7 - (ジエチルアミノ) - 3,
4 - ジヒドロキシ -, クロライド ; ベンゾ [a] フェノキサジン - 7 - イウム, 5, 9 -
ジアミノ -, アセテート ; 4 - ジベンゾフランスルホン酸 ; 3 - ジベンゾフランスルホン
20
酸 ; 1 - エチルキナルジニウムアイオダイド ; フルオレセイン ; フルオレセイン, ナトリ
ウム塩 ; キーフルオロホワイト S T ; ベンゼンスルホン酸, 2, 2 - (1, 2 - エテン
ジイル) ビス [5 - [[4 - [ビス (2 - ヒドロキシエチル) アミノ] - 6 - [(4 - ス
ルホフェニル) アミノ] - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル] アミノ] -, 四ナトリウ
ム塩 ; C . I . フルオレセントブライトナー 230 ; ベンゼンスルホン酸, 2, 2 - (1,
2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [ビス (2 - ヒドロキシエチル) アミノ] -
6 - [(4 - スルホフェニル) アミノ] 1, 3, 5 - トリアジン - 2 イル] アミノ] - 四
ナトリウム塩 ; 9, 9 - バイアクリジニウム, 10, 10 - ジメチル -, 二硝酸塩 ;
1 - デオキシ - 1 - (3, 4 - ジヒドロ - 7, 8 - ジメチル - 2, 4 - ジオキソベンゾ [g]
30
プテリジン - 10 (2 H) - イル) - リピトール ; 以下に挙げるものからなる群より
選択された、ナフタレンモノ -, ジ -, 又はトリ - スルホン酸、
1, 5 - ナフタレンジスルホン酸, ニナトリウム塩 (水和物) ;
2 - アミノ - 1 - ナフタレンスルホン酸 ; 5 - アミノ - 2 - ナフタレンスルホン酸 ;
4 - アミノ - 3 - ヒドロキシ - 1 - ナフタレンスルホン酸 ;
6 - アミノ - 4 - ヒドロキシ - 2 - ナフタレンスルホン酸 ;
7 - アミノ - 1, 3 - ナフタレンスルホン酸, カリウム塩 ;
4 - アミノ - 5 - ヒドロキシ - 2, 7 - ナフタレンジスルホン酸 ;
5 - ジメチルアミノ - 1 - ナフタレンスルホン酸 ;
1 - アミノ - 4 - ナフタレンスルホン酸 ;
1 - アミノ - 7 - ナフタレンスルホン酸 ;
40
及び、2, 6 - ナフタレンジカルボン酸, ニカリウム塩 ; 3, 4, 9, 10 - ペリレンテ
トラカルボン酸 ; C . I . フルオレセントブライトナー 191 ; C . I . フルオレセント
ブライトナー 200 ; ベンゼンスルホン酸, 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル) ビス [5 -
(4 - フェニル - 2 H - 1, 2, 3 - トリアゾール - 2 - イル) - ニカリウム塩 ; ベ
ンゼンスルホン酸, 5 - (2 H - ナフト [1, 2 - d] トリアゾール - 2 - イル) - 2 -
(2 - フェニルエテニル) -, ナトリウム塩 ; 1, 3, 6, 8 - ピレンテトラスルホン酸
, 四ナトリウム塩 ; ピラニン ; キノリン ; 3 H - フェノキサジン - 3 - オン, 7 - ヒドロ
キシ -, 10 - 酸化物 ; キサンチリウム, 9 - (2, 4 - ジカルボキシフェニル) - 3,
6 - ビス (ジエチルアミノ) -, クロライド, ニナトリウム塩 ; フェナジニウム, 3, 7
- ジアミノ - 2, 8 - ジメチル - 5 - フェニル -, クロライド ; C . I . フルオレセント
50

ブライトナー 235 ; ベンゼンスルホン酸, 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル)ビス(5 - [[4 - [ビス(2 - ヒドロキシエチル)アミノ] - 6 - [(4 - スルホフェニル)アミノ] - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル]アミノ] - , 四ナトリウム塩 ; ベンゼンスルホン酸, 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル)ビス[5 - [[4 - [(2 - ヒドロキシプロピル)アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル]アミノ] - , 二ナトリウム塩 ; キサンチリウム, 3, 6 - ビス(ジエチルアミノ) - 9 - (2, 4 - ジスルホフェニル) - , 分子内塩, ナトリウム塩 ; ベンゼンスルホン酸, 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル)ビス[5 - [[4 - [(アミノメチル)(2 - ヒドロキシエチル)アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル]アミノ] - , 二ナトリウム塩 ; チノポルDCS ; ベンゼンスルホン酸, 2, 2 - ([1, 1 - ビフェニル] - 4, 4 - ジイルジ - 2, 1 - エテンジイル)ビス - , 二ナトリウム塩 ; ベンゼンスルホン酸, 5 - (2H - ナフト[1, 2 - d]トリアゾール - 2 - イル) - 2 - (2 - フェニルエチル) - , ナトリウム塩 ; 7 - ベンゾチアゾールスルホン酸, 2, 2 - (1 - トリアゼン - 1, 3 - ジイルジ - 4, 1 - フェニレン)ビス[6 - メチル - , ナトリウム塩 ; 及びその全てのアンモニウム、カリウム、ナトリウム塩、及びそれらの混合物の全て、からなる群より選択される方法。

10

【請求項 22】

請求項 17 に記載の方法であって、前記標識蛍光剤が、ヒドロキシアリルオキシプロピルナフタルイミドクワット、4 - メトキシ - N - (3 - N - N - ジメチルアミノプロピル)ナフタルイミド、2 - ヒドロキシ - 3 - アリルオキシプロピルクワット、8 - (3 - ビニルベンジルオキシ) - 1, 3, 6 - ピレントリスルホン酸、8 - (4 - ビニルベンジルオキシ) - 1, 3, 6 - ピレントリスルホン酸、8 - (アリルオキシ) - 1, 3, 6 - ピレントリスルホン酸、1 - (置換)ナフタレン、9 - (置換)アントラセン、2 - (置換)キノリンモノヒドロクロライド、2 - (置換)ベンズイミダゾール、5 - (置換)フルオレセイン、4 - (置換)クマリン、クマリン誘導体、3 - (置換) - 6, 7 - ジメトキシ - 1 - メチル - 2 (1H) - キノキサゾキンオン、それらの混合物、及びそれらの誘導体からなる群より選択される少なくとも一つの蛍光基で標識された重合(polymeric)水溶性化合物からなる方法。

20

【請求項 23】

工業プロセスにおける使用に適した水性供給流を精製することが可能な膜分離システムであって：

30

前記水性供給流から一以上の溶質を除去するため、不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を含む前記水性供給流を透過流及び濃縮流に分離することができる半透過膜；

前記水性供給流、前記透過流及び前記濃縮流のうち少なくとも一つにおいて、約 5 p p t から約 100 p p m の範囲で前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の量を蛍光分析的に測定することが可能な検知装置であり、前記検知装置は測定された不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の量を表示する信号を発生させることが可能であるもの；

及び、前記水性供給流の精製をモニター及び/又はコントロールするための信号を処理することが可能であるコントローラー；からなる膜分離システム。

40

【請求項 24】

請求項 23 に記載のシステムあって、前記膜分離システムが、操作上のパラメータ、化学的パラメータ、前記標識蛍光剤に対する前記不活性蛍光トレーサーの比、機械的パラメータ、及びそれらの組み合わせからなる群より選択される、膜分離に固有の一以上のプロセスパラメータを評価することができるシステム。

【請求項 25】

請求項 23 に記載のシステムであって、前記コントローラーが、膜分離の最中に、スケールリング及び/又は付着物を処理する目的で、前記供給流中に添加される処理剤の量を制御可能に調節することが可能なコントローラーであるシステム。

50

【請求項 26】

工業プロセスに使用される膜分離プロセスをモニター及びコントロールする方法であって、供給流から溶質を除去することが可能な膜を含み：

不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を前記供給流へ添加し；

前記膜を前記供給流に接触させ；

前記供給流を第一流出流及び第二流出流に分離して、前記供給流から溶質を除去し；

前記供給流、前記第一流出流及び前記第二流出流のうち少なくとも1つの中に、前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の蛍光信号を検知する、蛍光光度計を備え付け；

10

前記蛍光光度計を使用して、前記供給流、前記第一流出流及び前記第二流出流のうち少なくとも1つの不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の量を、約5 pptから約1000 ppmの範囲で計測し；及び、

前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の測定可能な量に基づき、前記膜分離プロセスに固有の一以上のプロセスパラメータを評価する；工程からなる方法。

【請求項 27】

請求項 26 に記載の方法あって、前記膜分離システムが、操作上のパラメータ、化学的パラメータ、前記標識蛍光剤に対する前記不活性蛍光トレーサーの比、機械的パラメータ、及びそれらの組み合わせからなる群より選択される、プロセスパラメータを評価することができる方法。

20

【請求項 28】

請求項 27 に記載の方法であって、一以上のパラメータを制御可能に及び応答的に調整して、前記膜分離システムの性能を高めることからなる方法。

【請求項 29】

請求項 26 に記載の方法であって、スケーリング及び/又は付着物を処理する目的で前記膜分離プロセスへ添加される処理剤をモニタリング及びコントロールすることからなる方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

30

発明の技術分野

本発明は広く膜分離に関するものであり、特に、膜分離プロセスのモニタリング及び/又はコントロール方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

発明の背景

膜分離は選択膜(selective membrane)を用いるものであり、つい最近水精製のような液流プロセスに対する工業的分離技術に加わったものである。膜分離においては、一般的に、一つの流出流の駆動力の結果として流入成分が膜を通過し、それによって元々あった成分の一部が第二流中に取り残される。膜分離は、通例、水精製或いは精密ろ過法(MF)、限外ろ過法(UF)、ナノろ過法(NF)、逆透過法(RO)、電気透析法、電氣的脱イオン化法(electrodeionization)、パーベパレーション法(pervaporation)、膜抽出法(membrane extraction)、膜蒸留法(membrane distillation)、メンブレンストリッピング法(membrane stripping)、メンブレンエアレーション法(membrane aeration)及びその他のプロセスを含む、他の液体プロセスに対し用いられる。その分離の駆動力は膜分離の形態に依存する。圧駆動される膜ろ過は、膜ろ過としても知られており、精密ろ過法、限外ろ過法、ナノろ過法及び逆透過法を含み、駆動力として圧力を用いる。一方、電氣的な駆動力は電気透析法及び電氣的脱イオン化法で用いられる。歴史的に、膜分離プロセス又はシステムは、水性の水流からの溶質除去効率にとって、膜スケーリング(scaling)や膜付着物、膜劣化等が不利益をもたらすという悪影響のために、水処理に対してコスト上効果的とは考えられな

40

50

かった。しかし、技術の進歩によって膜分離は、より商業的に実現性のある、工業プロセスに適する水性供給流処理技術になった。

【0003】

更に、膜分離プロセスは工業用途、特に、原水及び排水の精製に対してより実用的なものにもなってきた。これは膜分離性能の評価に対する改良された診断道具又は技術の使用を通じて達成されたものである。効率(例えば、流量又は膜透過性)及び効果(例えば、除去率又は選択性)のような膜分離の性能は、一般的にそのプロセスの操作条件に関する様々なパラメータによって影響を受ける。それゆえ、プロセス及び/又は操作条件の性能を評価するため、膜分離に特有なこれら或いは他のタイプのプロセスパラメータをモニターすることが望ましい。この点において、膜分離プロセスのモニタリングのための様々な異なる検査技術が日常的に用いられてきており、今や、工業用途への実用性及び実現性に必要不可欠なものとして認められている。

10

【0004】

しかしながら、モニタリングは一般的に時々、例えば交代制勤務毎に1回もしくは時にはより少ない頻度で、実施される。実際に採用されているモニタリング技術は骨が折れ(labor)、時間的にも集約されている。それゆえ、一般のモニタリングに基づき、性能を向上させることを目的として膜分離プロセスに対しなされる調節は、迅速なやり方とはならないかもしれない。それに加えて、現在利用可能なモニタリング技術は膜分離プロセスを評価及び/又はコントロールするための指標として一般的に信頼されている様々なプロセスパラメータのモニタリングの点に関して、しばしば最良の感度及び選択性を提供しない

20

【0005】

例えば、一般的に逆透過法及びナノろ過法に対し適用するモニタリング技術は導電率測定及び流量測定を含む。導電率測定は、膜に実質的に保持されている溶質の回収率を測定する目的のためには本質的に正確性が低い。この点において、一般的には導電性測定中に指標として用いられる導電性の塩は、膜を通過することができる。塩は一般的に総塩濃度のある割合で膜を通過するので、濃度勾配等による局所的な濃度変更が、膜損傷を必ずしも示すことなしに、生産水の導電性を変えてしまうことが起こりうる。これは特にクロスフロー膜システムの最終工程に当てはまるものであり、塩濃度(及びそれゆえその濃度の一定割合の塩の通過)は、その最高レベルに達するものである。この点において、塩通過

30

【0006】

さらに、このようなシステムに一般的に用いられる流量計は、較正が不正確になりやすいため、頻繁に較正を行うことが求められる。さらに、逆透過又は他の膜分離のモニタリングは一般的に、複数の異なる手法を付加及び/又は組み合わせることが日常的に求められており、モニタリングの複雑化、及び費用増加を招いている。

したがって、水性供給流のような供給流を扱うことが可能な、工業プロセスに適した、膜分離プロセスをモニターする及び/又はコントロールする必要があるが、工業プロセスにおける従来のモニタリング技術は一般的に複雑であり、かつ/又は、膜分離の性能評価に重要な膜分離プロセス固有の一以上のプロセスパラメータを、適切にモニターするために必要な感度及び選択性を欠くかもしれないものであった。

40

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

発明の要約

本発明は、工業プロセスにおける使用に適した、供給流を処理することを可能にする膜分離プロセスのモニタリング及び/又はコントロールのための方法及びシステムを提供するものである。この点において、不活性蛍光トレーサ及び標識蛍光剤の検知は、操作上の(operational)パラメータ、化学的パラメータ、前記標識蛍光剤に対する前記不活性蛍

50

光レーザーの比、機械的パラメータ及びそれらの組み合わせのような膜分離に固有の多くの様々なプロセスパラメータを評価及び/又はコントロールするのに利用される。

【0008】

本発明における不活性蛍光レーザー/標識蛍光剤のモニタリング技術は、膜分離に特有なプロセスパラメータをモニタリングする点において、高度な感度及び選択性をもって行われうるものである。この点において、本発明の方法及びシステムは膜分離プロセスの性能を最適化するのに効果的に利用されうるものである。そのように最適化された性能の例としては、膜洗浄と膜洗浄の間の期間の長期化、膜寿命の長期化、システムにおける処理薬品確認、最適な回収率で動作する能力、及びエネルギーコストの削減などが含まれ、これらの例は、スケーリング、付着物、及び他のシステムパラメータの好適なコントロールによるものである。

10

【課題を解決するための手段】

【0009】

このため、本発明の実施形態においては、供給流を少なくとも第一流及び第二流に分離することが可能な膜を含む膜分離プロセスのモニタリング方法が提供される。前記方法は、不活性蛍光レーザー及び標識蛍光剤を準備し；前記不活性蛍光レーザー及び標識蛍光剤を前記供給流中に導入し；前記不活性蛍光レーザー及び標識蛍光剤の蛍光信号を検知するための蛍光光度計を前記供給流、前記第一の流れ、前記第二の流れのうち少なくとも一つの中に備え付け；前記蛍光光度計を使用して、前記供給流、前記第一の流れ及び前記第二の流れのうち少なくとも一つにおいて、前記不活性蛍光レーザー及び標識蛍光剤の量を測定する；工程を含むものである。

20

【0010】

他の実施形態においては、工業プロセスにおける使用に適した、供給流から溶質を除去することが可能な膜を含む、水精製プロセスの膜分離システムのモニタリング方法が提供される。前記方法は、不活性蛍光レーザー及び標識蛍光剤を前記供給流へ添加し；前記膜を前記供給流と接触させ；前記供給流を透過流と濃縮流に分離して溶質を前記供給流から除去し；前記供給流、前記透過流及び前記濃縮流のうち少なくとも一つに、前記不活性蛍光レーザー及び標識蛍光剤の蛍光信号を検知するための蛍光光度計の中に備え付け；前記蛍光光度計を使用して、前記供給流、前記透過流、前記濃縮流のうち少なくとも一つにおける前記不活性蛍光レーザー及び標識蛍光剤の量を測定し；及び、前記不活性蛍光レーザー及び標識蛍光剤の測定可能な量に基づいて、前記標識蛍光剤に対する前記不活性蛍光レーザーの比を決定する；工程を含むものである。

30

【0011】

更に他の実施形態においては、工業プロセスにおける使用に適した水性供給流を精製することが可能な膜分離システムが提供される。前記膜分離システムは、前記水性供給流から一以上の溶質を除去するため、不活性蛍光レーザーを及び標識蛍光剤含む前記水性供給流を透過流及び濃縮流に分離することができる半透過膜；前記水性供給流、前記透過流及び前記濃縮流のうち少なくとも一つにおいて、 10^{1-2} 分の約5(ppm)から約100万分約1000(ppm)の範囲でそれぞれ前記不活性蛍光レーザー及び標識蛍光剤の量を蛍光分析的に測定することが可能な検知装置であり、前記検知装置は測定された不活性蛍光レーザー及び標識蛍光剤の量を表示する信号を発生させることが可能であるもの；前記水性供給流の精製をモニター及び/又はコントロールするための信号を処理することが可能であるコントローラー；を含むものである。このようなモニタリング又はコントロールは、化学薬品使用量のコントロール及び標準機器(例えば流量センサー)の精度/較正を含んでいても良い。

40

【0012】

更に別の実施形態においては、工業プロセスにおける使用に適した、供給流から溶質を除去することが可能な膜を含む、膜分離プロセスをモニター及びコントロールする方法が提供される。前記方法には、不活性蛍光レーザー及び標識蛍光剤を前記供給流へ添加し；前記膜を前記供給流に接触させ；前記供給流から溶質を除去するため、前記供給流を第

50

一流出流及び第二流出流に分離し；前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の蛍光信号を検知するための、蛍光光度計を、前記供給流、前記第一流出流及び前記第二流出流のうち少なくとも1つの中に備え付け；前記蛍光光度計を使用して、前記供給流、前記第一流出流及び前記第二流出流のうち少なくとも1つにおいて、約5 pptから約1000 ppmの範囲で前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の量を計測し；前記不活性蛍光トレーサーの及び標識蛍光剤測定可能な量に基づき、前記膜分離プロセスに特有な一以上のプロセスパラメータを評価する；工程を含むものである。

【0013】

従って、本発明の利点として、標識蛍光剤と組み合わせて不活性蛍光トレーサーを利用して膜分離プロセス又はシステムをモニター及び/又はコントロールする方法及びシステムを提供することが挙げられる。

10

他の本発明の利点としては、測定可能な量の不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を利用して、膜分離プロセス又はシステムの操作上の効率を改善した方法及びシステムを提供することが挙げられる。

更なる本発明の利点としては、膜分離システムに添加された不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の測定可能な量に基づき、膜分離プロセスに特有なパラメータを選択的及び特異的にモニタリング方法及びシステムを提供することが挙げられる。

【0014】

更に別の本発明の利点としては、工業用水システムにおける使用に適する、水性供給流精製のための膜分離プロセスをモニタリング及び/又はコントロールする方法及びシステムを提供することが挙げられる。

20

なお更なる本発明の利点としては、供給流から溶質を除去するために、クロスフロー及び/又はデッドエンドフロー(dead-end flow)分離を利用する膜分離プロセス及びシステムの性能を向上させることが挙げられる。

本発明の更なる付加的な特徴は、好適な実施の形態の詳細な説明の欄に記述し、明示する。

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

現時点での好適な実施の形態の詳細な説明

本発明は、水性供給流のような、供給流から溶質を除去することが可能な膜分離プロセスをモニター及び/又はコントロールするための方法及びシステムであって多くの様々な工業上の応用へ利用するのに適しているものを提供するものである。更に具体的には、本発明の方法及びシステムは、膜分離プロセスへ添加された不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の測定可能な量に基づき、膜分離プロセスをモニター及び/又はコントロールすることができる。この点において、例えば、操作上のパラメータ、化学的パラメータ、機械的パラメータ等のパラメータ及びそれらの組み合わせを含む、膜分離に特有な多くの様々なプロセスパラメータを、膜分離プロセスの性能が効果的に最適化されるような、高度の選択性、特異性、及び正確性をもって評価することができる。

30

【0016】

出願人は、驚くべきことに、標識蛍光剤を組み合わせた不活性蛍光トレーサーのモニタリングすることで、膜分離プロセスに固有の様々なパラメータ、特に、膜分離最中のスケールリング及び/又は付着物に対する処理剤の効果をモニタリング及び/又はコントロールすることに関する、パラメータをモニター及び/又はコントロールするために、効果的に利用することができることを、発見した。

40

不活性蛍光トレーサーモニタリングの状態では、前記蛍光トレーサーの不活性分子及び前記処理剤の処理分子を両方とも濃縮する及び/又は除去する、さもなければ同じ速度で特定の膜分離システムを通過するはずであると仮定される。換言すれば、不活性蛍光分子は実質的に前記処理分子と同じように振舞うと仮定される。

【0017】

しかしながら、処理剤は成長中の結晶の表面で吸着されるか、さもなければ前記結晶及

50

びノ又は前記膜、或いはシステム中に存在する他の表面と結びついているはずである。この点において、膜分離システムへ最初に添加される処理剤の一部は、効率的に溶液の外へ出てゆくはずであり、従って、処理剤のその部分を使えなく或いは「無駄に」してしまう。

前記処理剤が、蛍光残基（蛍光体）をその化学構造の一部として含むように修飾される時、「標識された」と言い、その結果、標識蛍光剤として機能する。

【0018】

不活性蛍光トレーサーと組み合わせて用いられる標識蛍光剤を、膜分離プロセスにおける処理剤の効果をモニターするのに効果的に用いることができる。標識蛍光剤及び不活性蛍光トレーサーは、最適なモニタリング性能のために用いられる膜の形態との関係において、同様の除去特性を有さなければならない。ある水準で、不活性蛍光トレーサーのモニタリングを、膜分離に添加される処理剤の用量をモニターするために用いることができる。更に、標識蛍光剤を、処理の活性な化学成分をモニターするために用いることができる。前記処理の活性な化学成分は、先に述べたような成長中の結晶の表面上に吸着する化学処理剤の一部である。

10

【0019】

この点において、処理剤（又はその分子）は、処理剤に対する影響、例えば成長中の結晶での処理剤の吸着作用による影響を評価するように、蛍光標識又は基で標識される、あるいは前記蛍光標識又は基と合体する。処理の損失を、測定された標識蛍光剤に対する不活性蛍光トレーサーの比の変化を評価することにより、探知することができる。出願人は、そのようなシステムは、活性な処理剤の消費量を示すことができ、そして、不活性蛍光トレーサー単独のモニタリングに基づく仮定よりも現実的な条件に依って、膜分離へ添加する処理剤又は生成物の量を制御可能に及び応答的に増加させる及びノ又は減少させるために用いることができることを独自に発見した。

20

【0020】

本発明の方法及びシステムは、膜分離プロセス又はシステムをモニタリング及びノ又はコントロールするために、様々な異なる及び適した構成要素、工程段階、操作条件等、を含むことができる。一つの実施形態として、本発明の膜分離プロセスはクロスフロー及びデッドエンドフロー（dead-end flow）プロセスを含む。クロスフロープロセスの最中、供給流は実質的に膜分離システムの膜に対し平行な流れ方向の状態では処理される。デッドエンドフロー分離プロセスについては、供給流は実質的に、膜分離システムの膜に対し垂直な流れ方向の状態では処理される。

30

【0021】

一般的に、本発明の膜分離プロセスは、供給流を別の流れに分離することにより供給流を処理又は精製することができる。一つの実施形態として、供給流は少なくとも透過流と濃縮流のように、第一流及び第二流に分けられる。供給流は、溶解有機物、固体の溶解物、固体の浮遊物、及びそれらの組み合わせのような様々な溶質を含み得る。例えば膜ろ過器で供給流を透過流及び濃縮流に分離する際に、本質的に、透過流は水性供給流と比べると実質的に低濃度の溶解及びノ又は浮遊溶質を含んでいる。一方、濃縮流は水性供給流に比べて高濃度の溶解及びノ又は浮遊溶質を含んでいる。この点において透過流は、精製された水性供給流のような、精製された供給流であることを意味する。

40

【0022】

当然のことながら、本発明は、例えばクロスフロープロセス、デッドエンドフロー（dead-end flow）プロセス、逆透過、限外ろ過、精密ろ過、ナノろ過（nanofiltration）、電気透析、電氣的脱イオン化（electrodeionization）、パーベーパーション（pervaporation）、膜抽出（membrane extraction）、膜蒸留（membrane distillation）、メンブレンストリッピング（membrane stripping）、メンブレンエアレーション（membrane aeration）等及びそれらの組み合わせを含む、多くの様々なタイプの膜分離プロセスにおいて利用され得る。逆透過、限外ろ過、精密ろ過、ナノろ過は好ましい膜分離プロセスである。

【0023】

50

逆透過において、供給流は一般的にクロスフローの条件下で処理される。この点において、供給流の一部のみが透過水として膜を通過して拡散するように、供給流は実質的に膜に対し平行に流れる。膜表面の付着物を減少させる研磨作用を付与するため、膜表面のクロスフロー速度は通常大きい。これは濃度分極効果(例えば、膜表面での乱流を抑制した境界層(reduced-turbulence boundary layer)における溶質の濃縮、これによって膜の透過圧が増加し、透過流が減少する。)も減少させることが可能である。濃度分極効果は供給流水が透過水として膜を通過することを抑制し、その結果、例えば負荷した供給流量に対する透過水の割合などの、回収率を減少させる。リサイクル循環を、膜表面を渡ってゆく流速を高く維持するために適用しても良い。

【0024】

逆透過プロセスは、様々な異なるタイプの膜を用いることができる。そのような市販の膜部材の形態には、中空糸膜部材、チューブ状膜部材、スパイラル型膜部材、平板型膜部材等を含むが、特に制限はない。それらのいくつかは、「ザナルコウォーターハンドブック」(“The Nalco Water Handbook,” Second Edition, Frank N.Kemmer ed., McGraw-Hill Book Company, New York, N.Y., 1988)により詳細に記載されており、本願に援用される。特に「膜分離」“Membrane Separation”というタイトルの第15章が本願に援用される。当然のことながら、単膜の部材を対象とする膜ろ過システムに用いてもよいが、複数の膜部材を工業上の用途に合わせて用いても良い。

【0025】

一般的な逆透過システムは、膜ろ過及び更に広く一般には膜分離の例として説明される。逆透過は主にスパイラル型部材又はモジュールを用いる。それらは、穴を開けた透過水回収チューブを中心にして、その周りにフィードスペーサー(feed spacer)及び透過水キャリア(permeate water carriers)をと共に半多孔性膜の層を巻くことにより構成されている。一般的に、前記モジュールはテープ及び/又はファイバークラスのオーバーラップでシールされている。結果として生じる構造は、流入流を受け入れることが可能な一つの通路となっている。その流入流は膜モジュールに対し縦方向に流れ、濃縮流として他端から抜け出る。モジュール内部では、水は半多孔膜を通り、中央の回収チューブへ流れる透過通路で捕捉される。このチューブから水が設計された通路の中から外へ流れ、回収される。

【0026】

実際のところ、膜モジュールは、第一モジュールの透過水チューブを第二モジュールの透過水チューブへ接続する等、相互コネクタを用いて次々に接続して一つに重ねられる。これらの膜モジュールスタックは圧力容器内に収納される。圧力容器内で、供給水はスタック内の第一モジュールへ進入し、前記第一モジュールは供給流の一部を透過水として除去する。第一膜からの濃縮流は、第二膜等下流のスタックへ下る供給流となる。スタック内すべての膜の透過流は接続された透過水チューブ内に回収される。第一モジュールへ進入する供給流、併合された(combined)透過流、及びスタック内の最後尾モジュールからの最終的な濃縮流のみが、通例モニターされる。

【0027】

多くの逆透過システムにおいては、圧力容器はステージ(stage)又はパス(pass)のどちらかの配列とされる。ステージ膜システムでは、圧力容器のたまり(bank)から併合された濃縮流が第二の圧力容器のたまりへ導入され、そこでは前記併合された濃縮流は第二ステージへの供給流となる。通例、システムには、各ステージ内の圧力容器の数を順次少なくとも2から3のステージが存在する。例えば、あるシステムでは、第一ステージに4つの圧力容器を含み、前記4つの圧力容器の濃縮流は第二ステージの2つの圧力容器へ供給され、前記2つの容器の濃縮流は第三ステージにおける1つの圧力容器に順番に供給される。これは「4:2:1配列」として設計されたものである。ステージ膜配置では、すべてのステージのすべての圧力容器から併合された透過流は回収され、更なる膜処理なしに使用される。マルチステージシステムは、例えばボイラー供給水向けなど、多量の浄水が必要とされる際、用いられる。前記膜システムからの透過流はイオン交換又は他の手段によ

10

20

30

40

50

り更に洗浄されることがある。

マルチパス (multi-pass) システムでは、各圧力容器のたまりからの透過流が回収され、続く圧力容器のたまりへの供給物として用いられる。すべての圧力容器からの濃縮流は、それぞれ独立した流れの更なる膜処理なしに併合される。マルチパスシステムは非常に純度の高い水が要求される際、例えば精密電子或いは製薬工業において、用いられる。

【0028】

上記例から明らかなように、ROシステムの1ステージの濃縮流は他のステージの供給流となりうるものである。同様にマルチパスシステムの単独パスの透過流は、それに続くパスの供給流となってもよい。上記に引用される逆透過の例のようなモニタリングシステムにおける課題は、サンプリングやモニタリングを行いうる場所、すなわち供給、透過、濃縮流が限られていることである。すべてではないが、いくつかのシステムでは、インターステージ (inter-stage) 試料採取場所が、第一ステージで濃縮され / 第二ステージに供給される供給流のサンプリング / モニタリングを可能としている。同様のインターパス試料採取場所はマルチパスシステムにおいても同様に利用可能である。

10

【0029】

實際上、スタック内のそれぞれの膜部材から、透過水の品質をサンプリングするために、単独の圧力容器内で透過回収チューブを精査 ("probe") することは可能である。それは時間のかかる面倒で不正確な方法であり、トラブルシューティングの状況において以外は日常的に適用されない。単独の圧力容器内部で、独立した膜部材の供給 / 濃縮流の品質を調査する一般に認められた方法は現在のところ存在しない。

20

【0030】

クロスフローろ過膜分離プロセスとは対照的に、従来の固体浮遊物のろ過は供給流を実質的に垂直方向にろ材又はろ過膜に通すことにより、行われうるものであった。このろ過は供給サイクルの中で一つの排出流を効率的に生成する。定期的に前記フィルターは、清浄な流体を供給とは逆方向に通過させることにより逆洗洗浄され、フィルターに保持されていた物質種 (species) を含む逆洗廃液を生成する。こうして、従来のろ過は供給流、精製流及び逆洗流を生み出す。このタイプの膜分離は一般的にデッドエンドフロー (dead-end flow) 分離と称され、一般的には約1ミクロンよりも大きいサイズの浮遊粒子の分離に制限されるものである。

【0031】

他方、クロスフローろ過技術は、より小さな粒子 (一般的には約1ミクロン以下のサイズ)、コロイド、溶解した溶質を除去するために用いられうるものである。そのようなタイプのクロスフロー膜分離システムには、例えば、逆透過、精密ろ過、限外ろ過、ナノろ過、電気透析等が含まれる。逆透過法は低分子量の溶解種さえ除去することが可能である。前記溶解種は、少なくとも約0.0001から約0.001ミクロンの最小径で、例えば、イオン種、非イオン種、低分子量分子、水溶性巨大分子又はポリマー、固体浮遊物、コロイド及びバクテリアやウイルスのような個体を含むものである。

30

【0032】

この点において、逆透過法は中程度から高度 (例えば500ppm以上) の全溶解固形分 ("TDS") 量を有する水を処理するため、しばしば工業的に用いられる。一般的に、供給流中のTDS量の約2パーセントから約5パーセントは膜を通過するだろう。従って、一般的に透過水は完全に溶質が存在しない状態ではない可能性がある。この点において、逆透過の透過水は高圧ボイラー向けの補給水としての利用のような、いくつかの工業上の利用にとっては高すぎる可能性がある。それゆえ、逆透過システム又は他の膜分離システムのようなものはイオン交換プロセス、又は樹脂上に充填されるTDSを減少させ、そして、酸や水酸化ナトリウムのような樹脂再生で用いられ貯蔵される有害物質の量を減少させるのに適した他のプロセスよりも先に、或いはこれらと組み合わせる頻りに用いられる。

40

【0033】

上記のとおり、膜分離システムの能力は膜分離プロセスに特有な、例えば温度、pH、

50

圧力、透過流量、処理の活性、及び/又は洗浄剤、付着物活性等のような、多くの様々な操作条件によって変動する可能性がある。蛍光剤（例えば、不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤）の検知に基づき、モニタリング及び/又はコントロールプログラムを開発及び/又は実施する際、膜分離システムに特有な操作条件の効果が必ず考慮されなければならない。上記のとおり、水処理プロセスの操作条件はプロセスごとに大きく変動する可能性がある。この点で、各プロセスに適用されるモニタリング技術は大いに異ならしめることができる。

【0034】

膜分離プロセス及びそのモニタリングは下記の点が考慮されており、固有のものである。

10

【0035】

1. システムはモニタリングする場所及び/又はサンプル収集場所の観点から、自由度が制限される。

2. 膜分離システムは水がバリアを通過して透過する時、形成される濃度分極層を含む。これは、冷却水システムのような、他の水処理プロセスには存在しない。

【0036】

3. 膜分離システムは、逆溶解性が問題となる工業プロセスよりも極めて低温で動作する。しかしながら逆透過法やナノろ過のような膜分離システムの場合、このような低温は高温プロセスでは問題とならなそう（シリカ及びケイ酸塩のような）塩由来のスケリングを引き起こす。この点、一般的な毎日の膜分離操作（例えば逆透過及びナノろ過）は約75°Fで行われる。

20

4. 膜表面をきれいな状態に保つことは不可欠であるため、比較的少量の微小な沈殿物が、重大な性能損失を引き起こす可能性がある。従って、膜の性能損失は、冷却水処理に比べて沈殿物堆積に対し、より敏感である。この点において、膜中の性能損失は冷却水システム中で発生する熱移動損失との関係で求められる膜厚よりもかなり薄い膜厚で発生する可能性がある。

【0037】

5. 膜ろ過での水損失は“透過”によるか、或いは、膜障壁の通過によるものである。損傷した或いは不完全な膜は、膜を通過する溶質の望ましくない漏出に影響を受けやすい。従って、最高効率で膜ろ過が動作するのを保持するために、膜を通じての漏出をモニターすることは重要である。

30

6. 薄い半透過フィルム（高分子、有機、或いは無機の）は化学種による劣化に対し敏感である。膜表面に接触する生成物は、表面の損傷とそれによる性能低下を回避するためには、膜の化学的性質(membrane chemistry)と両立していなければならない。

【0038】

7. 膜システムに用いられる化学処理は、使用前に膜素材に両立していることが証明されていなければならない。相容れない化学物質からの損傷はすぐさま性能低下や、場合によっては膜表面の劣化を引き起こす可能性がある。そのような化学処理による即時の不可逆損傷は冷却水システムにおいては極めて稀である。

【0039】

これらの違いに基づき、多くの様々な要素及び検討事項は、冷却水処理プロセスのような他の水処理プロセスと比較して、膜分離システムに関してプログラムのモニタリング及び/又はコントロールを開発及び/又は実施する際は、必ず考慮に入れなければならない。

40

【0040】

例えば膜及び消費エネルギーの費用の両方が、膜分離プロセスに特有の重要な操業コスト因子になる可能性がある。この点において、膜上のスケール及び付着物の小規模な堆積は、膜ろ過において、例えば一定の駆動力での透過流の減少や、透過水の品質（純度）の低下や、一定の透過流量を維持するために消費されるエネルギーの増大や、膜交換及び/又は膜交換又は洗浄/修復のための予定外のダウンタイムの招来や、他の類似した状況、

50

及びそれらの組み合わせによって、膜分離システムの性能に悪影響を及ぼす可能性がある。この点において、標識蛍光剤に対する不活性蛍光トレーサーの比、標準化された透過流量、駆動力、及び除去率のような膜分離固有のプロセスパラメータの連続モニタリングが、付着物及び/又はスケーリングの検知、及びそのような問題が観察されたときの改善策の実施に対し重要であると一般的に信じられている。逆透過においては、約10～15%の変化がこれらのいずれかのパラメータで生じると、それがスケーリング/付着物の問題を知らせる日常的な信号となり、処理剤の使用量の調節といった対応措置が必要とされる。従って、可能な限り早期にこれらの問題を探知することにより、例えば、過度のエネルギー消費、生産物の損失、早すぎる膜交換等を避けることができる。理想的には、好ましくない又は疑わしい状況又は変化が探知される時に、警報のような何らかの手段を使ってオペレーターに状況又変化を知らせる。是正措置を必要に応じ又は適切に取っても良い。

10

20

30

40

50

【0041】

出願人は、本発明を踏まえて、膜分離プロセスのモニタリング及び/又はコントロールが現在利用可能な従来技術よりもより早く、より感度良く、より分かりやすく、及び/又はより信頼性のあり、特に本発明のモニタリング方法が実質的に連続的手法に採用された時にそうであることを、独自に発見した。本発明は、高い検査性能を有しており、例えば、膜分離及び有効化学処理剤の消費に特有の、薬品処理の不足、スケーリング及び/又は付着物の問題を、非常に高い感度で、そして現在利用可能な方法よりも少ない経過時間で、探知することができる。この点においては、一時的なシステムの混乱又は他の短時間の変動は、散発的なモニタリングによる場合には誤った警告信号として検知されるようなものを、むしろ、連続的モニタリングの間中、一時的な状況として、検知することができる。

【0042】

前述の通り、本発明の方法及びシステムは、膜分離プロセスをモニター及び/又はコントロールするために、標識蛍光剤と組み合わせて不活性蛍光トレーサーを用いる。標識蛍光剤と共に不活性蛍光トレーサーを利用することにより、本発明では従来のモニタリング技術と比較して、より高い選択性、検出感度、及び正確性で多くの様々な膜分離プロセスパラメータを評価することができる。この点において、不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の測定可能な量は、そのようなシステムの性能を最適に最大化するのに効果的に利用され得るものである。

【0043】

例えば、化学薬品の消費量を、標識蛍光剤に対する不活性蛍光トレーサーの濃度を比較することによって、決定することができる。理想的には、標識蛍光剤に対する不活性蛍光トレーサーの濃度比は1/1であるべきである。標識蛍光剤が消費される(例えば結晶上への付着によって)につれて、濃度比は変化し始めるだろう。例えば、標識蛍光剤の濃度が落ち込んで、比が1/1から1/0.9まで(つまり、濃度比は1.1)変化するかもしれない。標識蛍光剤の濃度が更に、例えば、0.5の濃度の単位まで落ちる時、比も変化する。この場合、比は1/0.5又は2になる。当然のことながら、濃度の比は無単位数である。従って、この例から、濃度比の増加は標識蛍光剤の消費量を示し、そのようなことは膜上のスケーリング及び/又は付着物の開始を表示することがわかる。

【0044】

本明細書で使用される用語「不活性」は、不活性蛍光トレーサーが、感知される程又は有意に、前記システム内のいずれの他の化学要素にも影響を受けない、又は、pH、温度、イオン強度、レドックスポテンシャル、微生物活性、殺生物剤濃度等の他のシステムパラメータには影響を受けない、という意味である。「感知されるほど又は有意に影響を受けない」の意味を定量化すると、この記述は、産業用水システムで通常遭遇する過酷な条件下では、不活性蛍光化合物は蛍光信号の変化が10%以下である、という意味である。産業用水システムで通常遭遇する過酷な条件は、産業用水システム技術分野の当業者にとって公知である。

【0045】

当然のことながら、様々な及び適した多様な不活性蛍光トレーサーが好適な量、回数、及び応用に、使用され得る。例えば単一のトレーサーは、多くの様々な膜分離プロセスパラメータを評価するのに用いられ得る。しかしながら、本発明は、別個のモニタリング用途に対するトレーサーとしてそれぞれ機能する多くの様々なトレーサーを含むものである。実施形態の一つとして、本発明の不活性蛍光トレーサーのモニタリングは、単独に、断続的に、或いは半連続的に行われ得るもので、望ましくは流水中のトレーサーの濃度測定が、迅速なリアルタイム測定を提供するため、その場 (on-site) で行われる。

【 0 0 4 6 】

不活性蛍光トレーサーは、膜分離システムの水によって輸送できなければならない。従って、仮に完全にではないとしても、当該システムにおいて、膜分離システムに特有かつ固有の温度及び圧力条件下で、使用レベルの濃度に実質的に水溶性でなければならない換言すれば不活性蛍光トレーサーが用いられる膜分離システムの溶質と同じような性質を示す。実施の形態の一つとして、本発明の不活性蛍光トレーサーは下記の基準に当てはまるものが好適である：

10

【 0 0 4 7 】

- 1 . かなりの量を膜に吸収されない；
- 2 . 膜を劣化させない、或いは膜の性能を阻害しない、或いは膜の組成を変化させない；
- 3 . 連続的又は半連続的に検知可能であり、濃度測定に対し感度が高く、その測定が正確、リピート可能、かつ供給水、濃縮水、透過水又は他の適応可能な媒体或いはそれらの組み合わせに対して実施可能である；

20

【 0 0 4 8 】

- 4 . 不活性蛍光トレーサーが用いられる可能性がある膜分離システムの水の中に普通に存在する化学種とは実質的に無関係である；
- 5 . 不活性蛍光トレーサーが用いられる可能性がある膜分離システムの水の中に普通に存在する化学種からの干渉、又は前記化学種による性質の偏向に実質的に影響されない；
- 6 . 膜分離システムの水からの固有のかつ選択的な損失のいかなる潜在能力、例えば、膜の選択的透過に対しても実質的に影響されない；

30

【 0 0 4 9 】

- 7 . 不活性蛍光トレーサーが用いられ得る膜分離システムの水に用いられるすべての処理剤に対し反応性がなく、従ってその有効性が少しも減少しない；
- 8 . その処方物の構成要素のすべてに対し反応性がない；
- 9 . 用いられ得る水又は膜分離プロセスの環境だけでなく、それからの排出に際し、相対的に毒性がなく環境に安全であるもの。

【 0 0 5 0 】

様々な適用可能な形態の化合物が不活性蛍光トレーサーとして利用することが可能である。実施形態の一つとして、不活性蛍光化合物は例えば次のような化合物を含む：

3 , 6 - アクリジンジアミン , N , N , N , N - テトラメチル - , 一塩酸塩、別名、アクリジンオレンジ (CAS Registry No. 65-61-2)、

2 - アントラセンスルホン酸ナトリウム塩 (CAS Registry No. 16106-40-4)、

1 , 5 - アントラセンジスルホン酸 (CAS Registry No. 61736-91-2) 及びその塩、

2 , 6 - アントラセンジスルホン酸 (CAS Registry No. 61736-95-6) 及びその塩、

1 , 8 - アントラセンジスルホン酸 (CAS Registry No. 61736-92-3) 及びその塩、

アントラ [9 , 1 , 2 - c d e] ベンゾ [r s t] ペンタフェン - 5 , 1 0 - ジオール , 1 6 , 1 7 - ジメトキシ - ビス (硫酸水素) , ニナトリウム塩、別名、アントラゾルグリーン I B A (Anthrasol Green IBA) (CAS Registry No. 2538-84-3, aka Solubilized Vat Dye)、

バソフェナントロリンジスルホン酸二ナトリウム塩 (CAS Registry No. 52746-49-3)、

アミノ 2 , 5 - ベンゼンジスルホン酸 (CAS Registry No. 41184-20-7)、

40

50

2 - (4 - アミノフェニル) - 6 - メチルベンゾチアゾール (CAS Registry No. 92-36-4)

、
1 H - ベンズ [d e] イソキノリン - 5 - スルホン酸 , 6 - アミノ - 2 , 3 - ジヒドロ -
2 - (4 - メチルフェニル) - 1 , 3 - ジオキソ - , ナトリウム塩、別名、プリリアン
トアシッドイエロー 8 G (Brilliant Acid Yellow 8G) (CAS Registry No. 2391-30-2, aka
Lissamine Yellow FF, Acid Yellow 7)、

【 0 0 5 1 】

フェノキサジン - 5 - イウム , 1 - (アミノカルボニル) - 7 - (ジエチルアミノ) - 3
, 4 - ジヒドロキシ - , クロライド、別名、セレスチンブルー (Celestine Blue) (CAS R
egistry No. 1562-90-9)、

ベンゾ [a] フェノキサジン - 7 - イウム , 5 , 9 - ジアミノ - , アセテート、別名、ク
レシルバイオレットアセテート (CAS Registry No. 10510-54-0)、

4 - ジベンゾフランスルホン酸 (CAS Registry No. 42137-76-8)、

p 2 1

3 - ジベンゾフランスルホン酸 (CAS Registry No. 215189-98-3)、

1 - エチルキナルジニウムアイオダイド (CAS Registry No. 606-53-3)、

フルオレセイン (CAS Registry No. 2321-07-5)、

フルオレセイン , ナトリウム塩 (CAS Registry No. 518-47-8, aka Acid Yellow 73, Urani
ne)、

キーフルオロホワイト S T (Keyfluor White ST) (CAS Registry No. 144470-48-4, aka F
lu. Bright 28)、

ベンゼンスルホン酸 , 2 , 2 - (1 , 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [ビス (2 - ヒドロキシエチル) アミノ] - 6 - [(4 - スルホフェニル) アミノ] - 1 , 3 , 5 -
- トリアジン - 2 - イル] アミノ] - , 四ナトリウム塩、別名、キーフルオロホワイト C
N (Keyfluor White CN) (CAS Registry No. 16470-24-9)、

C . I . フルオレセントブライトナー 2 3 0、別名、ローコファー B S B (Leucophor BSB
) (CAS Registry No. 68444-86-0)、

ベンゼンスルホン酸 , 2 , 2 - (1 , 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [ビス (2 - ヒドロキシエチル) アミノ] - 6 - [(4 - スルホフェニル) アミノ] 1 , 3 , 5 -
- トリアジン - 2 イル] アミノ - 四ナトリウム塩、別名、ローコファー B M B (Leucophor B
MB) (CAS Registry No. 16470-24-9, aka Leucophor U, Flu. Bright 290)、

9 , 9 - バイアクリジニウム (b i a c r i d i n i u m) , 1 0 , 1 0 - ジメチル
- , 二硝酸塩、別名、ルシゲニン (Lucigenin) (CAS Registry No. 2315-97-1, aka bis
-N-methylacridinium nitrate)、

1 - デオキシ - 1 - (3 , 4 - ジヒドロ - 7 , 8 - ジメチル - 2 , 4 - ジオキソベンゾ [g]
プテリジン - 1 0 (2 H) - イル) - D - リビトール、別名、リボフラビン (Ribofla
vin) 又は ビタミン B 2 (CAS Registry No. 83-88-5)、

【 0 0 5 2 】

ナフタレンモノ - , ジ - , 又はトリ - スルホン酸、として以下を含むが、これらに制限さ
れない、

1 , 5 - ナフタレンジスルホン酸 , 二ナトリウム塩 (水和物) (CAS Registry
No. 1655-29-4, aka 1,5-NDSA hydrate)、

2 - アミノ - 1 - ナフタレンスルホン酸 (CAS Registry No. 81-16-3)、

5 - アミノ - 2 - ナフタレンスルホン酸 (CAS Registry No. 119-79-9)、

4 - アミノ - 3 - ヒドロキシ - 1 - ナフタレンスルホン酸 (CAS Registry No. 90-51-7)

、
6 - アミノ - ヒドロキシ - 2 - ナフタレンスルホン酸 (CAS Registry No. 116-
63-2)、

7 - アミノ - 1 , 3 - ナフタレンスルホン酸 , カリウム塩 (CAS Registry No. 79873-35-
1)、

10

20

30

40

50

- 4 - アミノ - 5 - ヒドロキシ - 2 , 7 - ナフタレンジスルホン酸 (CAS Registry No. 90-20-0)、
- 5 - ジメチルアミノ - 1 - ナフタレンスルホン酸 (CAS Registry No. 4272-77-9)、
- 1 - アミノ - 4 - ナフタレンスルホン酸 (CAS Registry No. 84-86-6)、
- 1 - アミノ - 7 - ナフタレンスルホン酸 (CAS Registry No. 119-28-8)、
- 【 0 0 5 3 】
- 及び、 2 , 6 - ナフタレンジカルボン酸 , ニカリウム塩 (CAS Registry No. 2666-06-0)
- 、
- 3 , 4 , 9 , 1 0 - ペリレンテトラカルボン酸 (CAS Registry No. 81-32-3)、
- C . I . フルオレセントブライトナー 1 9 1、別名、フォーワイト C L (Phorwite CL) (CAS Registry No. 12270-53-0)、 10
- C . I . フルオレセントブライトナー 2 0 0、別名、フォーワイト B K L (Phorwite BKL) (CAS Registry No. 61968-72-7)、
- ベンゼンスルホン酸 , 2 , 2 - (1 , 2 - エテンジイル) ビス [5 - (4 - フェニル - 2 H - 1 , 2 , 3 - トリアゾール - 2 - イル) - ニカリウム塩、別名、フォーワイト B H C 7 6 6 (Phorwite BHC 766) (CAS Registry No. 52237-03-3)、
- ベンゼンスルホン酸 , 5 - (2 H - n a p h t h o [1 , 2 - d] トリアゾール - 2 - イル) - 2 - (2 - フェニルエテニル) - , ナトリウム塩、別名、ピラクロアホワイト S - 1 5 A (Pylaklor White S-15A) (CAS Registry No. 6416-68-8)、
- 1 , 3 , 6 , 8 - ピレンテトラスルホン酸 , 四ナトリウム塩 (CAS Registry No. 59572-10 20 -0)、
- ピラニン (CAS Registry No. 6358-69-6, aka 8-hydroxy-1,3,6-pyrenetrisulfonic acid, trisodium salt)、
- キノリン (CAS Registry No. 91-22-5)、
- 3 H - フェノキサジン - 3 - オン , 7 - ヒドロキシ - , 1 0 - 酸化物、別名 ロダラックス (Rhodalux) (CAS Registry No. 550-82-3)、
- キサンチリウム , 9 - (2 , 4 - ジカルボキシフェニル) - 3 , 6 - ビス (ジエチルアミノ) - , クロライド , ニナトリウム塩、別名、ロドアミン W T (Rhodamine WT) (CAS Registry No. 37299-86-8)、
- フェナジニウム , 3 , 7 - ジアミノ - 2 , 8 - ジメチル - 5 - フェニル - , クロライド、 30
- 別名、サフラニン O (CAS Registry No. 477-73-6)、
- C . I . フルオレセントブライトナー 2 3 5、別名、サンドス C W (Sandoz CW) (CAS Registry No. 56509-06-9)、
- ベンゼンスルホン酸 , 2 , 2 - (1 , 2 - エテンジイル) ビス (5 - [[4 - [ビス (2 - ヒドロキシエチル) アミノ] - 6 - [(4 - スルホフェニル) アミノ] - 1 , 3 , 5 - トリアジン - 2 - イル] アミノ] - , 四ナトリウム塩、別名、サンドス C D (Sandoz CD) (CAS Registry No. 16470-24-9, aka Flu. Bright. 220)、
- 【 0 0 5 4 】
- ベンゼンスルホン酸 , 2 , 2 - (1 , 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [(2 - ヒドロキシプロピル) アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1 , 3 , 5 - トリアジン - 2 40 - イル] アミノ] - , ニナトリウム塩、別名、サンドス T H - 4 0 (Sandoz TH-40) (CAS Registry No. 32694-95-4)、
- キサンチリウム、 3 , 6 - ビス (ジエチルアミノ) - 9 - (2 , 4 - ジスルホフェニル) - , 分子内塩 (inner salt) , ナトリウム塩、別名、スルフォホダム B (Sulforhodamme B) (CAS Registry No 3520-42-1, aka Acid Red 52)、
- ベンゼンスルホン酸 , 2 , 2 - (1 , 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [(アミノメチル) (2 - ヒドロキシエチル) アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1 , 3 , 5 - トリアジン - 2 - イル] アミノ] - , ニナトリウム塩、別名、チノパル 5 B M - G X (Tinopal 5BM-GX) (CAS Registry No. 169762-28-1)、
- チノボル D C S (Tinopol DCS) (CAS Registry No. 205265-33-4)、 50

ベンゼンスルホン酸，2，2 - ([1，1 - ビフェニル] - 4，4 - ジイルジ - 2，1 - エテンジイル) ビス - ，ニナトリウム塩、別名、チノパル C B X - X (Tinopal CBS-X) (CAS Registry No. 27344-41-8)、

ベンゼンスルホン酸，5 - (2 H - ナフト [1，2 - d] トリアゾール - 2 - イル) - 2 - (2 - フェニルエテニル) - ，ナトリウム塩、別名、チノパル R B S 2 0 0 (Tinopal RBS 200) (CAS Registry No. 6416-68-8)、

7 - ベンゾチアゾールスルホン酸，2，2 - (1 - トリアゼン - 1，3 - ジイルジ - 4，1 - フェニレン) ビス [6 - メチル - ，ニナトリウム塩、別名、チタンイエロー (Titan Yellow) (CAS Registry No. 1829-00-1, aka Thiazole Yellow G)、及びその全てのアンモニウム、カリウム、ナトリウム塩、及び全ての類似薬剤、及びその適当な混合物。

10

【 0 0 5 5 】

望ましいトレーサーには次のようなものが挙げられる：

1 - デオキシ - 1 - (3，4 - ヒドロ - 7，8 - ジメチル - 2，4 - ジオキソベンゾ [g] プテリジン - 1 0 (2 H) - イル) - D - リビトール、

別名、リボフラビン又はビタミン B 2 (CAS Registry No. 83-88-5)

フルオレセイン (CAS Registry No. 2321-07-5)、

フルオレセイン，ナトリウム塩 (CAS Registry No. 518-47-8, aka Acid Yellow 73, Uranine)、

2 - アントラセンスルホン酸ナトリウム塩 (CAS Registry No. 16106-40-4)、

1，5 - アントラセンジスルホン酸 (CAS Registry No. 61736-91-2)、及びその塩、

20

2，6 - アントラセンジスルホン酸 (CAS Registry No. 61736-95-6)、及びその塩、

1，8 - アントラセンジスルホン酸 (CAS Registry No. 61736-92-3)、及びその塩、

【 0 0 5 6 】

ナフタレンモノ-,ジ-,又はトリ-スルホン酸、として以下を含むがこれらに制限されない

1，5 - ナフタレンジスルホン酸，ジナトリウム塩 (水和物) (CAS Registry No. 1655-29-4, aka 1,5-NDSA hydrate)、

2 - アミノ - 1 - ナフタレンスルホン酸 (CAS Registry No. 81-16-3)、

5 - アミノ - 2 - ナフタレンスルホン酸 (CAS Registry No. 119-79-9)、

4 - アミノ - 3 - ヒドロキシ - 1 - ナフタレンスルホン酸 (CAS Registry No. 90-51-7)

30

6 - アミノ - 4 - ヒドロキシ - 2 - ナフタレンスルホン酸 (CAS Registry No. 116-63-2)

7 - アミノ - 1，3 - ナフタレンスルホン酸，カリウム塩 (CAS Registry No. 79873-35-1)、

4 - アミノ - 5 - ヒドロキシ - 2，7 - ナフタレンジスルホン酸 (CAS Registry No. 90-20-0)、

5 - ジメチルアミノ - 1 - ナフタレンスルホン酸 (CAS Registry No. 4272-77-9)、

1 - アミノ - 4 - ナフタレンスルホン酸 (CAS Registry No. 84-86-6)、

1 - アミノ - 7 - ナフタレンスルホン酸 (CAS Registry No. 119-28-8)、

40

【 0 0 5 7 】

及び、2，6 - ナフタレンジカルボン酸，二カリウム塩 (CAS Registry No. 2666-06-0)

3，4，9，10 - ペリレンテトラカルボン酸 (CAS Registry No. 81-32-3)、

C . I . フルオレセントブライトナー 1 9 1、別名、フォーホワイト C L (Phorwite CL) (CAS Registry No. 12270-53-0)、

C . I . フルオレセントブライトナー 2 0 0、別名、フォーホワイト B K L (Phorwite BKL) (CAS Registry No. 61968-72-7)、

ベンゼンスルホン酸，2，2' - (1，2 - エテンジイル) ビス [5 - (4 - フェニル - 2 H - 1，2，3 - トリアゾール - 2 - イル) - 2 - イル] - 2 - ナトリウム塩、別名、フォーホワイト B H

50

- C 7 6 6 (Phorwite BHC 766) (CAS Registry No. 52237-03-3)、
 ベンゼンスルホン酸, 5 - (2 H - ナフト [1 , 2 - d] トリアゾール - 2 - イル) - 2
 - (2 - フェニルエテニル) - , ナトリウム塩、別名、ピラクロアホワイト S - 1 5 A (P
 ylaklor White S-15A) (CAS Registry No. 6416-68-8)、
 1 , 3 , 6 , 8 - ピレンテトラスルホン酸, 四ナトリウム塩 (CAS Registry No. 59572-1
 0-0)、
 ピラニリン、(CAS Registry No. 6358-69-6, aka 8-hydroxy-1,3,6-pyrenetrifluoronic a
 cid, trisodium salt)、
 キノリン (CAS Registry No. 91-22-5)、
 3 H - フェノキサジン - 3 - オン, 7 - ヒドロキシ - , 1 0 - 酸化物、別名、ロダラック 10
 ス (Rhodalux) (CAS Registry No. 550-82-3)、
 キサンチリウム, 9 - (2 , 4 - ジカルボキシフェニル) - 3 , 6 - ビス (ジエチルアミ
 ノ) - , クロライド, ニナトリウム塩、別名、ロダミン W T (Rhodamine WT) (CAS Regist
 ry No. 37299-86-8)、
 フェナジニウム, 3 , 7 - ジアミノ - 2 , 8 - ジメチル - 5 - フェニル - , クロライド、
 別名、サフラニン O (CAS Registry No. 477-73-6)、
 C . I . フルオレセントブライトナー 2 3 5、別名、サンドス C W (Sandoz CW) (CAS Reg
 rstry No 56509-06-9)、
 【 0 0 5 8 】
 ベンゼンスルホン酸, 2 , 2 - (1 , 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [ビス (20
 2 - ヒドロキシエチル) アミノ] - 6 - [(4 - スルホフェニル) アミノ] - 1 , 3 , 5
 - トリアジン - 2 - イル] アミノ] - , 四ナトリウム塩、別名、サンドス C D (Sandoz CD
) (CAS Registry No. 16470-24-9, aka Flu. Bright. 220)、
 ベンゼンスルホン酸, 2 , 2 - (1 , 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [(2 -
 ヒドロキシプロピル) アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1 , 3 , 5 - トリアジン - 2
 - イル] アミノ] - , ニナトリウム塩、別名、サンドス T H 4 0 (Sandoz TH40) (CAS Reg
 istry No. 32694-954)、
 キサンチリウム, 3 , 6 - ビス (ジエチルアミノ) - 9 - (2 , 4 - ジスルホフェニル)
 - , 分子内塩, ナトリウム塩、別名、スルホロダミン B (Sulforhodamine B) (CAS Regist
 ry No. 3520-42-1, aka Acid Red 52)、 30
 ベンゼンスルホン酸, 2 , 2 - (1 , 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [(アミ
 ノメチル) (2 - ヒドロキシエチル) アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1 , 3 , 5 -
 トリアジン - 2 - イル] アミノ] - , ニナトリウム塩、別名、チノパル 5 B M - G X (Tin
 opal 5BM-GX) (CAS Registry No. 169762-28-1)、
 チノボル D C S (Tinopal DCS) (CAS Registry No. 205265-33-4)、
 ベンゼンスルホン酸, 2 , 2 - ([1 , 1 ' - ビフェニル] - 4 , 4 - ジイルジ - 2
 , 1 - エテンジイル) ビス - , ニナトリウム塩、別名、チノパル C B S - X (Tinopal CBS
 -X) (CAS Registry No. 27344-41-8)、
 ベンゼンスルホン酸, 5 - (2 H - ナフト [1 , 2 - d] トリアゾール - 2 - イル) - 2
 - (2 - フェニルエテニル) - , ナトリウム塩、別名、チノパル R B S 2 0 0 (Tinopal R 40
 BS 200) (CAS Registry No. 6416-68-8)、
 7 - ベンゾチアゾールスルホン酸, 2 , 2 - (1 - トリアゼン - 1 , 3 - ジイルジ - 4
 , 1 - フェニレン) ビス [6 - メチル - , ニナトリウム塩、別名、チタンイエロー (Titan
 Yellow) (CAS Registry No. 1829-00-1, aka Thiazole Yellow G)、及びそれら全てのアン
 モニウム、カリウム、ナトリウム塩、及びそれら全ての類似薬剤、及びそれらの適当な
 混合物。
 【 0 0 5 9 】
 本発明のもっとも望ましい不活性蛍光トレーサーとして、次のようなものが挙げられる
 。
 1 , 3 , 6 , 8 - ピレンテトラスルホン酸四ナトリウム塩 (CAS Registry No. 59572-10- 50

0); 1, 5 - ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム塩 (水和物) (CAS Registry No. 1655-29-4, aka 1,5 NDSA hydrate); キサンチリウム, 9 - (2, 4 - ジカルボキシフェニル) - 3, 6 - ビス (ジエチルアミノ) - , クロライド, ニナトリウム塩、別名、ロダミン WT (Rhodamine WT) (CAS Registry No. 37299-86-8); 1 - デオキシ - 1 - (3, 4 - ジヒドロ - 7, 8 - ジメチル - 2, 4 - ジオキソベンゾ [g] プテリジン - 10 (2H) - イル) - D - リピトール、別名、リポフラビン又はビタミン B 2 (CAS Registry No. 83-88-5); フルオレセイン (CAS Registry No. 2321-07-5); フルオレセイン, ナトリウム塩 (CAS Registry No. 518-47-8, aka Acid Yellow 73, Uranine); 2 - アントラセンスルホン酸ナトリウム塩 (CAS Registry No. 16106-40-4); 1, 5 - アントラセンジスルホン酸 (CAS Registry No. 61736-91-2)、及びその塩; 2, 6 - アントラセンジスルホン酸 (CAS Registry No. 61736-95-6)、及びその塩; 1, 8 - アントラセンジスルホン酸 (CAS Registry No. 61736-92-3)、及びそれらの塩; 及びそれらの混合物。上記リストに記載された蛍光トレーサーは様々な薬品供給会社より商業的に入手可能である。

10

20

30

40

50

【0060】

上記に記載されたトレーサーに加え、技術的に熟練した者ならば代替のカウンターイオンを用いた塩も用いることができることに気がつくだろう。従って、例えば、カウンターイオンとして Na^+ を持つアニオン性トレーサーはカウンターイオンが K^+ , Li^+ , NH_4^+ , Ca^{+2} , Mg^{+2} 或いは他適当なカウンターイオンのリストから選択される形態においても使用されることができる。同様に、価値音声トレーサーは様々なカウンターイオン、例えば Cl^- ; SO_4^{-2} ; PO_4^{-3} ; HPO_4^{-2} ; H_2PO_4^- ; CO_3^{-2} ; HCO_3^- ; 又は他の適当なカウンターイオンを持つことができる。

【0061】

これらのトレーサーの修飾、例えば不活性重合分子へのそれらの固定、蛍光マイクロスフィア内へのそれらの組み込み、又は分子側鎖中の付加的な化学残基の付加によって、当該トレーサーの分子量或いは望まれる大きさの範囲内で物理的な大きさを調整することは、当業者にとって容易なことであろう。そのような修飾は本発明に包含される。

【0062】

この点において、標識蛍光剤に対する不活性蛍光トレーサーの比の変動をモニターできるようにするために、不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を、それぞれ測定することが可能である。そのような変動を化学処理剤の消費量や、スケーリング及び/又は付着物の始まり等を知らせる信号として用いることができる。その結果、膜分離に対する調節を調節可能に及び応答的に行って、比について変動を修正することができる。従って、膜分離性能を、例えば、膜分離に悪影響を与える可能性があるスケール、フォーラント、及び他の類似堆積物の処理を最適化するために添加される処理剤の量を調節することにより向上させることができる。

【0063】

本発明の蛍光化合物 (すなわち、不活性蛍光トレーサー、標識蛍光剤、又はそれらの組み合わせ) をいかなる適切な形態でも膜分離プロセスに添加することができる。例えば、本発明は不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の組み合わせを利用する。この点において、不活性蛍光トレーサーを、前記プロセスへ添加する処理剤 (例えば、アンチスカラント及び/又は殺生剤) の用量をモニターするために利用することができる。標識蛍光剤を、そのような処理の活性な化学成分をモニターするために利用することができる。従って、例えば、成長中の結晶上への処理剤の吸着作用による処理の損失を、膜分離の最中に標識蛍光剤に対する不活性蛍光トレーサーの比の変動に基づき検知することができる。本発明における検査上の能力を、膜分離プロセス固有のプロセスパラメータのモニタリングについて、高度の感受性、選択性、及び正確性をもって発揮させることができる。この点において、本発明の方法及びシステムを、膜分離プロセスのパフォーマンスを最適化するために効果的に利用することができる。

【0064】

標識蛍光剤としては様々な適当な材料を挙げるることができる。実施形態の一つとして、

標識蛍光剤としては、その重合構造と付着又は合体した一以上の蛍光基を有する、重合化合物が挙げられる。実施形態の一つとして、重合化合物は約2000原子質量単位(“amu”)から約20,000amuの範囲にわたる分子量を有する。重合化合物は水溶性であり、かつ、適切な量の1種以上のモノマー成分を有する。そのようなモノマー成分としては、例えば、アクリルアミド、アクリル酸、メタクリルアミド、ビニルアセテート、ジメチルアミノエチルアクリレートメチルクロライド第4級塩、ジメチルアミノエチルアクリレートベンジルクロライド第4級塩、ジアリルジメチルアンモニウムクロライド、N-ビニルホルムアミド、ジメチルアミノエチルメタクリレートメチルクロライド第4級塩、ジメチルアミノエチルメタクリレートベンジルクロライド第4級塩、メタクリルアミノプロピルトリメチルアンモニウムクロライド、アクリルアミドプロピルトリメチルアンモニウムクロライド、及びそれらの組み合わせが挙げられる。これらの重合化合物の様々な組み合わせを、対象とする固有のスケールに対するそれらの有効性を考慮して選んでもよい。

【0065】

標識蛍光剤の蛍光基としては、ヒドロキシアリルオキシプロピルナフタルイミドクワット、4-メトキシ-N-(3-N,N-ジメチルアミノプロピル)ナフタルイミド、2-ヒドロキシ-3-アリルオキシプロピルクワット、8-(3-ビニルベンジルオキシ)-1,3,6-ピレントリスルホン酸、8-(4-ビニルベンジルオキシ)-1,3,6-ピレントリスルホン酸、8-(アリルオキシ)-1,3,6-ピレントリスルホン酸、1-(置換)ナフタレン、9-(置換)アントラセン、2-(置換)キノリンモノヒドロクロライド、2-(置換)ベンズイミダゾール、5-(置換)フルオレセイン、4-(置換)クマリン、クマリン誘導体、3-(置換)-6,7-ジメトキシ-1-メチル-2(1H)-キノキサゾリノン、それらの混合物、及びそれらの誘導体などの様々な及び適切な材料を挙げることができる。

【0066】

実施形態の一つとして、本発明の標識蛍光剤は、蛍光基が重合化合物の重量換算で、約2%以下の量である、アクリレート及びアクリルアミドのスルホメチル化されたコポリマーの35%水溶液に標識された、4-メトキシ-N-(3-N',N'-ジメチルアミノプロピル)ナフタルイミド、2-ヒドロキシ-3-アリルオキシプロピルクワットのような、ヒドロキシアリルオキシプロピルナフタルイミドクワット、を含む。様々な適切な標識蛍光剤が、U.S. Patent Nos. 5,128,419; 5,171,450; 5,216,086; 5,260,386及び5,986,030に開示されており、本願に引用して援用する。実施形態の一つとして、標識蛍光剤又は残基は、pH約2から約10の範囲で安定する。

【0067】

当然のことながら、上記に述べた標識蛍光剤及び/又は蛍光基の、様々な及び適切なそれらの修飾、変異、及び/又は誘導体を利用することができる。例えば、上記で述べられた置換ピレントリスルホン酸のスルホン酸基の水素を、例えば、ナトリウム、カリウム、セシウム、ルビジウム、リチウム、アンモニウム等の、適切な金属イオンと置換することができる。さらに、置換ピレンスルホン酸のアリロキシ基は、例えば、3、4、5、6、7といった、何らかの適切な数の炭素原子を含むことが可能である。

【0068】

当然のことながら、膜分離プロセスに対し添加される不活性蛍光トレーサーの及び標識蛍光剤の、あまりに過度でなく効果的な量は、選択したモニタリング方法、選択したモニタリング方法に関連したバックグラウンド障害の範囲、供給水中及び/又は濃縮物中の、トレーサー濃度の大きさ、(オンライン連続モニタリングモードのような)モニタリングモード、そして他の類似要因等、特に制限されない、様々な要因に関連して変動するだろう。実施形態の一つとして、膜分離システムの供給流への不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の量は、濃縮流中において測定可能な蛍光剤(すなわち不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤)の濃度を安定な状況で得るために、少なくとも十分な量であって、濃縮流中又は他の流出流中に少なくとも約5ppt、望ましくは少なくとも約1ppb又は約5p

p bもしくはそれ以上から約100ppm又は約200ppmまで、或いは、約1000ppmまでである。実施形態の一つとして、蛍光剤の量は約5pptから約1000ppm、好ましくは約1ppbから約50ppm、より好ましくは約5ppbから約50ppbの範囲である。

【0069】

当然のことながら、標識蛍光剤の濃度を、重合化合物上の蛍光基の数を変える及び/又は重合化合物の濃度を変えることにより、変更することができる。

本明細書において、「トレーシング」及び「モニタリング」は、特に断りがない限りは、膜分離プロセス中における蛍光剤の濃度の測定を意味する。実施形態の一つとして、トレーシング/モニタリングを、一回だけ、断続的に、又は半連続的に行うことができ、望ましくは、高速リアルタイム測定を可能にするために濃度測定がその場で(on-site)行われる。

【0070】

実施形態の一つとして、本発明における蛍光剤は、乾燥固体又は純粋な液体のような単独の成分としてよりはむしろ、処方物の一成分として膜分離システムに添加されることができる。不活性蛍光トレーサーの処方物又は製品は、水溶液、又はそれが添加された膜分離システム中で好適な速度で分散する実質的に均一な他の製品を含む。この点において、不活性蛍光トレーサーの濃度は製品の濃度に相関性がある可能性がある。一つの実施形態として、製品又は処方物には、スケーリング及び/又は付着物を処理するために添加される処理剤を含むことができる。

【0071】

前述の通り、不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を膜分離プロセスの性能を評価するために測定又は検知することができる。これをいかなる適切な方法でも行うことができる。流入水/供給水中、及び/又は膜分離プロセス中の他のプロセス流中において、不活性蛍光トレーサーの存在及びその濃度の測定は、前記流入水/供給水中、及び/又は膜分離システムの他の流れにおいて、前記化合物の濃度が数ppm以下か、ppb程度の低さとなった時に、なされ得る。

【0072】

時には複数の不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を用いることが望まれる場合がある。そのような別個のそして区別し得る不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤は、それぞれの発光波長がお互いに干渉しなければ、それぞれ検知され、一つの流入/供給水及び/又は他の流れにおいて定量化することができる。従って、多数からなる不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の同時の解析は適当な分光学的特性を有する蛍光剤を選択することにより可能である。

【0073】

本発明における不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤は、様々な適切な技術を利用することにより検知することができる。例えば、本発明の実施の形態によれば、少なくとも一定の時間にわたって、実質的に連続して行われる、蛍光発光分光測定は好適な分析技術の一つである。蛍光発光分光測定及び他の分析方法による化学物質のトレーサーの稼動状態で連続的な測定方法の一つが、US Patent No. 4,992,380, B.E. Moriarty, J.J. Hickey, W.H. Hoy, J.E. Hoots and D.A. Johnson, (1991年2月12日発行)に記載されており、本願に引用して援用する。

【0074】

一般的に、妥当なレベルの実用性を有する多くの蛍光発光分光学的方法にとって、いかなる方法によってもトレーサーを分離することなしに分析を行うことが望ましい。従って、蛍光分析が行われている流入/供給水及び/又は濃縮水中に、ある程度のバックグラウンドの蛍光が存在する。このバックグラウンドの蛍光は、膜分離システム(その流出/供給水システムを含む)中の化合物から生じる可能性がある。前記化合物は、本発明における膜分離プロセスには無関係のものである。

【0075】

10

20

30

40

50

バックグラウンドの蛍光が低い場合においては、バックグラウンドに対する不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤のそれぞれの蛍光の相対的な測定可能な強度(標準濃度における標準蛍光化合物に対し測定され、相対的な強度の値として例えば100を割り当てられる)は非常に高く、例えば、蛍光化合物濃度が低い場合であっても励起及び発光波長のある組み合わせによれば、比が100/10或いは500/10となる。そのような比率は、それぞれ「相対蛍光」(そのような条件下における)が10及び50と表される。実施の形態の一つとして、励起/発光波長及び/又は使用された不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤のそれぞれの量は、一定の予想されるバックグラウンドの蛍光に対して、少なくとも約5又は約10の相対蛍光を与えるように選択される。

【0076】

本発明の実施において使用されうる蛍光光度計の例としては、TRASAR(登録商標)3000及びTRASAR(登録商標)8000蛍光光度計(Ondeo Nalco Company of Naperville, ILから入手可能である); Hitachi F-4500 fluorometer(Hitachi through Hitachi Instrument Inc. of San Jose, CAから入手可能である); JOBIN YVON FluoroMax-3 “SPEX” fluorometer (JOBIN YVON Inc. of Edison, NJから入手可能である); Gilford Fluoro-IV spectrophotometer or the SFM 25 (Bio-techs Kontron through Research Instruments International of San Diego, CAから入手可能である)などが挙げられる。当然のことながら、蛍光光度計の列挙は包括的なものではなく、蛍光光度計の例を示すことのみを意図したものである。他の商業上入手可能な蛍光光度計及びその変形も本発明に用いられる。

【0077】

当然のことながら、様々な他の分析技術を膜分離プロセス中に不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤トレーサーの量を測定するのに利用してよい。そのような技術の例としては、高速液体クロマトグラフィー-蛍光複合分析、比色分析、イオン選択電極分析、遷移金属分析等が含まれる。

【0078】

例えば、不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の高速液体クロマトグラフィー(HPLC)と蛍光分析の組み合わせは、本発明の膜分離システムにおいて、不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の測定可能な量を検知するのに用いられ、特に、非常に低レベルの不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を用いる時、或いは直面した(encountered)バックグラウンド蛍光が蛍光分析の有効性に支障をきたす時に用いられる。HPLC-蛍光分析法は不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を流体基質(fluid matrix)から分離することができ、それから、トレーサー濃度を測定することが可能である。

HPLC法は、他の蛍光分析以外の検知法を使用する目的で、流体基質から不活性蛍光トレーサー化合物及び/又は標識蛍光剤を分離するためにも効果的に用いられる。このタイプのクロマトグラフィー技術の一例が、「Techniques in Liquid Chromatography」, C.F. Simpson ed., John Wiley & Sons, New York, pp.121-122, 1982, に記載されており、本願に引用して援用する。また、“Standard Method for the Examination of Water and Wastewater”, 17th Edition, American Public Health Association, pp. 6-9 to 6-10, 1989, に記載されており、本願に引用して援用する。

【0079】

比色分析に関して、比色分析及び/又は分光測光は、不活性蛍光トレーサー及び/又は標識蛍光剤又は他の蛍光基を含む蛍光種を検知及び/又は定量化するために用いられる可能性がある。分光測光は、紫外域又は可視域の光を吸収するその能力から化学種の特定するものである。熱量分析技術及びそのために使用される装置は、U.S. Patent No. 4,992,380, B.E Moriarty, J.J. Hickey, W.H. Hoy, J.E. Hoots and D.A Johnson, (1991年2月12日発行)に記載されており、本願に引用して援用する。

【0080】

イオン選択電極分析(ion selective electrode analysis)に関して、イオン選択電極を

10

20

30

40

50

、水系における特有のイオン性トレーサーの直接電位差測定によって、不活性蛍光トレーサー及び/又は標識蛍光剤の濃度を測定するために用いてもよい。イオン選択電極トレーサーモニタリング技術の一例は、U.S. Patent No. 4,992,380, B.E Moriarty, J.J. Hickey, W.H. Hoy, J.E. Hoots and D.A Johnson, (1991年2月12日発行)に記載されており、本願に引用して援用する。

【0081】

当然のことながら、それ自身の分離なしに化学種の存在及び/又は濃度を検知及び/又は定量化する分析技術は、発展途上の技術である。この点において、本発明の膜分離プロセスの最中における、測定可能な不活性蛍光トレーサー及び/又は標識蛍光剤の量の検知への利用に適した分析技術の上記調査は、現在のところ徹底しているわけではない。従って、本発明の上記目的に匹敵する分析技術は将来においておそらく開発されるだろう。

10

【0082】

前記の通り、本発明は、膜分離プロセスに固有であり固有の様々なプロセスパラメータの高選択的及び/又は高感度のモニタリングを提供することができる。本モニタリングは、膜分離プロセス中で分析された標識蛍光剤と組み合わせた不活性蛍光トレーサーの測定可能な量に基づく。この点において、蛍光種(すなわち、不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤)は膜分離プロセス内のあらゆる適合する配置、例えば、供給流、濃縮流、透過流等、又はそれらの組み合わせに沿った膜ろ過プロセスにおいて適応可能なあらゆる位置、において検知されうるものである。これは各流れにおいて蛍光種の濃度とよく対応している。

20

【0083】

実施形態の一つとして、本発明の膜ろ過プロセスのモニタリングは、供給流、透過流、及び濃縮流のうち少なくとも一つからそれぞれのトレーサー(すなわち、不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤)の測定可能な量に基づくことができる。

【0084】

この点において、膜ろ過中の不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤が変動する時の、前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の量のモニタリングは、前述した通り、高度の検出感度、選択性、正確性を有する、標識蛍光剤に対する不活性蛍光トレーサー比のような膜ろ過に固有の多くのプロセスパラメータを評価するのに利用することができる。本発明によれば、継続的に、そのようなレベルでの確実性、検出感度及び選択性を有する、これらのタイプの膜分離プロセスパラメータを評価する能力によって、膜の性能をより良く、リアルタイムで理解をすることが可能となる。従って、膜分離プロセスの調節を、不活性蛍光トレーサー及び/又は標識蛍光剤の測定可能な量に基づいて、より応答的に、かつ有効に行うことができ、必要に応じて膜の性能を最適化できる。例えば、調節は、膜分離システムの回収率又は回収百分率を増加させるために行われうる。この点において単位生成物に対する回収率又は回収百分率の増加は、必要供給水を減少させ、従って、供給水コストを減少させ、流入流前処理コストを減少させ、化学処理剤の必要量を減少させる。当然のことながら、最適な除去百分率の値は膜分離システムの形態に関連して変動しうるものである。

30

【0085】

しかしながらコントロール或いは最適に最小化されることなしに、膜のスケーリング及び/又は付着物は膜分離の性能に悪影響を及ぼすだろう。もし膜中における堆積物が洗浄手段によって強化的に除去するのに十分早く防止されることも検知されることもなければ、膜の標準寿命は、逆透過では約3から5年であるが、大幅に短くなり、交換費用は劇的に増大する可能性がある。前述の通り、膜分離システムは、冷却水システムと比較して、スケーリング及び/又は付着物に対してより感受性が高い。当然のことながら、本発明における膜分離システムは、効率よくスケール及び/又は付着状況を処理するために適した形態及び量の構成要素、例えば、アンチスカラント(antiscalant)及び/又は生物付着作用物質(biofouling agent)等を含む、何らかの適当な処理又は前処理システム、フィルター、処理装置、例えば薬品搬送装置、そのような要素、又はそれらの組み合わせ、を含む

40

50

ことができる。

【0086】

たとえば、本発明の膜分離システム（特に逆透過システム）で用いられる適当なアンチスカラントは、炭酸カルシウム（“CaCO₃”）、硫酸カルシウム（“CaSO₄”）等を含むアルカリ土類炭酸塩や硫酸塩スケールの形成及び成長を阻害する、適当なポリマー水溶液を含む。アンチスカラント化学薬品は一般的に供給流中に連続的に供給され、その中での最適な供給場所は、供給水流に沿って配置されるカートリッジプレフィルターよりも前である。アンチスカラントの連続的供給の利用により、スケールを抑制するためにそのシステムへ供給される酸の必要性を最小限に又は無くすることができ、かつ、溶液中の固体浮遊物及びコロイドの形成を促進する。これは、膜付着物を最小限にし、CaCO₃ や CaSO₄ の沈殿を抑制することが可能である。

【0087】

実施形態の一つとして、本発明はシステム中における不活性蛍光トレーサーの測定可能な量に基づき膜分離プロセス中でスケーリング及び/又は付着物処理剤の濃度をモニター及び/又はコントロールすることが可能である。実施形態の一つとして、不活性蛍光トレーサーは標識蛍光処理剤と共に供給水へ連続的に供給される。当然のことながら、不活性蛍光トレーサーを別個に、或いは処理剤の処方物の一部として、供給水へ添加することが可能である。実施形態の一つとして、不活性蛍光トレーサーは、スケーリング及び/又は生物付着剤に対して既知の割合で、供給水へ供給される。この点において、不活性蛍光トレーサー濃度の測定値は、膜分離システム内での、適当なトレーサーモニタリングポイントにて（ゼロシステム消費（zero-system-consumption）の条件下での）化学薬品の濃度に対応する（比例する）。

【0088】

前述の通り、標識蛍光トレーサーは不活性蛍光トレーサーと組みあわせて用いられる。この点において、一以上のタイプの蛍光標識を、膜分離における処理剤の効果を効果的にモニターする目的で、水処理剤としての使用に適した重合化合物に添加することができる。

【0089】

出願人は、不活性蛍光トレーサーと組み合わせた標識蛍光剤の使用は、不活性蛍光トレーサーの単独使用と比べて、水準の高いモニタリングをすることを可能にする。この点において、不活性蛍光トレーサーの構成要素を、膜分離システムへ添加された処理剤の用量を評価するためにモニターすることができ、そして、標識蛍光剤を、活性な化学成分（すなわち、成長中の結晶への吸着のような、システム内で反応性のあるもの）の評価のためにモニターすることができる。従って、処理剤の効果の減少、例えば、成長中の結晶上への吸着による処理剤の損失を、標識蛍光発光団に対する不活性比の変化を評価することによって、モニター及び検知することができる。

【0090】

アンチスカラント及び/又は抗付着（anti-fouling）剤として用いられる薬品又は処理剤、そしてそれらがスケール堆積を抑制するメカニズムは、膜ろ過システムのためのアンチスカラント化学の分野での改良につれて変遷しうるが、しかし、その改良に係わらず処理剤の連続供給の必要性はおそらく続くだろう。本発明の好適な不活性及び標識蛍光発光団は、1の除去係数（rejection factor）を実質的に有し、より望ましくは、わずかな濃度で用いられる。従って、本発明における前記トレーサーの使用は、透過水中の全溶解固形分（“TDS”）を有意に増加させることも、下流のイオン交換プロセス又は他の透過研磨（permeate polishing）プロセスに有害な影響を及ぼすこともない。

【0091】

除去係数は、次のように定義される。

$$\text{除去係数} = (C_F - C_P) / C_F$$

C_F は供給水中の蛍光発光団の濃度、C_P は透過水中の蛍光発光団の濃度である。

【0092】

本発明におけるトレーサー（すなわち、不活性及び標識蛍光発光団）を、膜分離に固有の様々なパラメータをモニターするために利用することができ、膜分離プロセスの性能を効果的にモニター或いはコントロールすることができる。実施形態の一つとして、例えば前記パラメータには操作上のパラメータ、化学的パラメータ、機械的パラメータ、及びそれらの組み合わせを含むことができる。この点において、例えば、スケーリング及び/又は付着の条件、膜漏損(leakage)、劣化等、本発明を膜分離プロセスに固有の膜性能に影響を与える可能性がある様々なプロセス条件を評価及び/又はコントロールするために、本発明を利用することができる。

【0093】

本発明の手法は、トレーサー化合物やトレーサー検出装置（例えば分析技術）など、いかなる適切な構成要素の形態、数、及び組み合わせも含む事が可能である。実施の形態の一つとして、トレーサーとして選択された1又は2以上の化合物はそれが添加される膜分離液中に、所望の、且つ、当該トレーサーの使用壽命の期間中、添加された環境下で実質的に安定である濃度に溶解する。好ましい実施形態の一つでは、トレーサーとして選択された1又は2以上の化合物、及びそのようなトレーサーの存在を判断するため選択された分析技術がその組み合わせによって、トレーサーを単離する必要なく決定することをかのうとし、また、さらに好ましくは連続的に及び/又はオンラインで決定することを可能とする。

【0094】

実施形態の一つとして、本発明は、操作条件及び膜分離プロセスの性能をトレーサー（例えば、不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤）の測定可能な量に基づいてモニター及び/又はコントロールするためのコントローラー（図示しない）を含む。前記コントローラーは様々な適切な手段で構成及び/又は調節され得る。

例えば、前記トレーサー濃度の検知を向上させるために前記コントローラーを検知信号（例えば、信号からのフィルターノイズ）を処理する検知装置（図示しない）に接続した状態にすることが可能である。さらに、コントローラーを膜分離システムの他の構成要素と交信するために調整することが可能である。前記交信は、配線で接続された（例えば、電気通信ケーブル）ものでも、無線交信（例えば、無線RFインターフェース）でも、空気を媒体としたもの等でも可能である。

【0095】

この点において前記コントローラーは、膜分離の性能をコントロールするのに用いることができる。例えば、前記コントローラーは、不活性蛍光トレーサー、標識蛍光剤、及びそれらの比の測定可能な量のモニタリングに基づく膜分離プロセス内において、アンチスカラントや殺生剤のような処理剤の投与を制御するため、供給装置（図示しない）と交信することが可能である。

【0096】

当然のことながら、比較されるべきトレーサーモニタリングポイントのペア又はグループは、高固形分濃度、例えば、約1立方インチの測定された体積単位に基づいて、単位体積あたり約5乃至約10重量パーセントの固形分濃度、を有する流通部位を横切って配置されるべきではない。そのような固形分濃度が高い流通部位はフィルターケーキ等のような場所で見受けられる。この点において、これらの部位は、トレーサーの少なくともいくらかの量を吸収する、又は選択的に吸収する。これはモニタリング比較の有意性を歪める可能性がある。実施の形態の一つとして、例えば、トレーサーがカートリッジフィルターの上流に添加される際には、モニタリングペアの第一のモニタリング位置は、望ましくはそのようなカートリッジフィルター部位の下流にすべきである。

【0097】

しかしながら、流体中からのトレーサーの損失を定量するために、また、もしそのような損失がトレーサーに対して非選択的である場合には、その部位における他の溶質の損失を定量するために、固形分濃度が高い流通部位を横切って別々にモニタリングしてもよい。例えば、流通部位がカートリッジフィルターの場合、そのようなモニタリングは、たと

え、かかる前処理位置に起因する溶質の損失であるとしても決定することができる。他の高固形分濃度部位としては、凝固剤、凝集剤等のような化学添加物の使用により創出された固形分濃度を有する部位が挙げられるが、特に限定されない。

【0098】

実施形態の一つとして、選択された不活性蛍光トレーサーは可視色素ではない、すなわち不活性蛍光トレーサーは可視域、すなわち約4000オングストロームから約7000オングストローム(約400ナノメートル(“nm”)から約700nm)の範囲にわたる領域において、電磁放射線の強い吸収を持たない化学種である。前記トレーサーは光の吸収により励起し、蛍光発光を生成する材料の一群より選ばれることが望ましい。ここで、励起と発光は、遠紫外から近赤外のスペクトル領域(200-800nmの波長)の中

10

【0099】

代わりに、トレーサー色素が可視スペクトルにおいて強い吸収を持つときには、それが裸眼で感知できないような濃度で使用される。例えば、膜によるトレーサーの除去率が100パーセント未満である時には、そのような実施形態が好ましく、また、無色の透過水を生成することが好ましい。

いくつかの例で、UV光で励起された時に、可視蛍光を発光する蛍光発光団を選択することが好ましい。このような選択は、視覚による検知及び/又は写真或いは他の方式による結像系が望まれる時に好ましい。

20

【0100】

膜分離システムは、水の精製或いは水流の処理にしばしば用いられるが、本発明のシステムは水系流(aqueous influent)の使用に限定されるものではない。実施の形態の一つとして、流入流は、他の流体又は水と他の流体の混合物であってもよい。他の特定の膜分離システムにおける水の精製を用いるほうが適しており、本発明を適用できない場合を除けば、本発明における膜分離システム及びプロセスの動作原理は、流入流の性質によってそれほど左右されない。水を含むシステムに言及した上記発明の記載は、非水及び水/非水混合システムに対しても適用可能である。

【0101】

実施の形態の一つとして、本発明の蛍光トレーサー(例えば、不活性及び/又は標識された)モニタリング方法は、破壊(犠牲的な)試験にさらされる膜をモニターするのに利用され得る。本形態の試験としては、産業用の膜の区分け又は分割が挙げられ、例えば、予め試験前に膜を多数の別個の膜小片に切断し、膜の異なる部分のそれぞれについて、多数の試験を実施する。本発明のトレーサーモニタリングは、過剰圧力や膜を破壊する流体との接触による影響など、特に制限なく、破壊試験の様々な多くのパラメータをモニターするのに用いられ得る。破壊試験の検査体制は、一般的に膜に集中し、膜表面の目視検査、その表面を擦り取ること(swabbing)による微生物学的な分析、及び膜に接触させた水サンプルの分析、SEM/EDSによる無機堆積物に関する表面分析、IRによる有機堆積物に関する表面分析、電子顕微鏡、ICP、及びそれに準ずる表面分析技術にかけること

30

40

【0102】

破壊試験の間、膜は操業状態(on-line)ではないが、本発明の実施形態の一つとして、トレーサーを供給流に添加することができ、添加が行われた。前記供給流は第一流出流として膜へ向かって流れ、膜を通り過ぎ(pass by)又は通り抜け(pass through)、結果として第二流出流として抜け出る。トレーサーは膜の上流で流体に添加され、流体流中のトレーサーは、少なくとも、第一の流出流の構成要素として膜を通り過ぎ、そして/或いは、膜を通り抜け、結果として第二の流出流の構成要素として抜け出る。トレーサーは流体流の膜前の地点でモニターされ、流入トレーサー濃度の値を決定し、及び/又は第一と第二の流出流のうち少なくとも一方において、流出トレーサー濃度を決定する。この点にお

50

いて、トレーサーは、流体流の溶質を代表し、当該溶質は、流入トレーサー濃度及び流出濃度を決定するのに十分な量、流体へ加えることができる。するものである。従って、膜の分離性能は実際の使用前に決定され得る。

【0103】

本明細書における「堆積物 (deposits)」とは、膜表面上に形成及び/又は集積する材料のことを言う。本明細書における不活性蛍光トレーサー及び/又は標識蛍光剤の「量」又は「濃度」は、流体の単位体積あたりの蛍光化学種、重量の観点、或いは、流体の単位重量あたりの種の重量の観点、或いは、流体中の化学種の濃度に比例し、そして流体中での種の数値関連性があり(相関変換 (correlation conversion) が計算されるか否かにかかわらず)、そしてゼロ又は実質的にゼロの値となりうる、種の何らかの特徴の観点から定め

10

【0104】

本発明の前述の記載では、時に、水系流入流及び流出流に対して特に言及しており、膜ろ過システムの記述に対する水系システムの使用、及びそこでの本発明の操作は例示的である。当業者は本明細書の開示によって非水膜分離システムに対し前述をどのように適用すればよいかを理解し得るだろう。

「処理化学薬品及び/又は処理剤」は本明細書において、膜分離プロセスの性能を向上させる処理化学薬品、膜のスケール堆積を遅延させる/防止するアンチスカラント、膜付

20

【0105】

当然のことながら本発明は膜分離プロセスを使用する可能性があるすべての工業に対し適用可能である。例えば、本発明の方法が広く適用される可能性がある様々な形態の工業プロセスとしては、原水プロセス、排水プロセス、工業用水プロセス、地方自治体の水処理、食料及び飲料プロセス、製薬プロセス、電気産業、ユティリティオペレーションズ (utility operations)、パルプ及び紙プロセス、鉱山及び鉱物プロセス、輸送関連プロセス、織物プロセス、めっき及び金属加工プロセス、洗濯及びクリーニングプロセス、革及び

30

【0106】

特に、食料及び飲料プロセスとしては、例えば、クリーム、低脂肪乳、チーズ、特殊 (specialty) 乳製品、タンパク質抽出物、乳糖製品、乳清、カゼイン、脂肪分離物 (fat separation)、塩蔵チーズの塩水回収 (brine recovery) 等の製造に関連する日常のプロセスが挙げられる。例えば、飲料工業に関連のある使用としては、例えばフルーツジュース清澄化、濃縮又は脱酸、アルコール飲料清澄化、低アルコール含有飲料向けのアルコール除去、プロセス水、を含み、そして、砂糖精製、野菜蛋白プロセッシング、野菜油製造/処理、穀物の湿式粉碎、動物処理 (例えば赤身の肉、卵、ゼラチン、魚、鶏肉)、洗浄水の再生、フードプロセッシング廃棄物等に関連する使用を含む。

40

【0107】

本発明が適用される工業用水の使用例は、例えば、ボイラー水製造、プロセス水の精製及び再生/再利用、原水の軟化、冷却水ブローダウンの処理、製紙プロセスからの水の再生、工業及び市水向けの海水及び汽水の淡水化、飲料水/原水/地上水の精製が挙げられ、飲料水/原水/地上水の精製には、例えば、飲料水からの有害微生物除去や、軟水、バイオリクター膜、採鉱及び鉱物プロセス水の浄化のための膜の利用が含まれる。

【0108】

本発明におけるトレーサーモニタリング方法に関して、水処理応用例としては、例えば、工業廃水処理、生物廃棄物処理システム、重金属汚染物質の除去、三次流出水の浄化、油性排水、輸送関連プロセス (例えば、タンカー洗浄水)、織物廃棄物 (例えば、染料、

50

接着剤、サイズ、ウールの汚れを擦り取るためのオイル(wool scouring)、織物のフィニッシングオイル)、めっき及び金属加工廃棄物、洗濯、印刷、革及びなめし、パルプ及び紙(例えば、色除去、希釈亜硫酸パルプ廃液の濃縮、リグノンの回収、紙コーティングの回収)、化学薬品(例えば、エマルジョン、ラテックス、顔料、塗料、化学反応副産物)、及び地方自治体の排水処理(例えば、汚水、工業用水)が挙げられる。

本発明における工業への他の応用例としては、例えば、半導体洗浄水プロセス、注射用水の製造、酵素製造/回収及び製剤化処理に使用される水を含む製薬用の水、電気塗装プロセスを含む。

【0109】

不活性蛍光トレーサーの利用により決定される検査例としては、膜中の化学種の有効「滞留時間(residence times)」、システムのフロープロファイル(system flow profiles)、膜ダメージ検知、物質収支に基づくシステムの回収、スケーリング或いは付着物傾向(物質収支と流量ベースのシステムパラメータとの間の差に基づく)の検知、システムの容量計算、化学処理生成物の分布、及び供給変動が挙げられるが、これらに制限されるものではない。

10

【0110】

本発明は望ましい又は実例となる実施の形態に関して上述したが、これらの実施の形態は包括的であることも又は前記発明を限定することも意図していない。むしろ、前記発明は、添付の請求項で定義された精神及び適用範囲内に含まれる、すべての代替、改良、及びそれと同等のものにわたることを意図したものである。

20

【手続補正書】

【提出日】平成16年12月2日(2004.12.2)

【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】

膜分離プロセスのモニタリング方法であって、1つの供給流を、少なくとも第一流及び第二流に分離し、供給流から溶質を除去することが可能な膜を含み：

不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を準備し；

前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を前記供給流中に導入し；

前記供給流、前記第一流、及び前記第二流のうち少なくとも一つの中に、前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の蛍光信号を検知するための蛍光光度計を備え付け；

前記蛍光光度計を使用して、前記供給流、前記第一流、及び前記第二流のうち少なくとも一つにおける、前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の量を測定する；工程からなる方法。

【請求項2】

請求項1に記載の方法であって、更に、測定される前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の量に基づいて前記膜分離プロセスに固有のプロセスパラメータを評価する工程からなる方法。

【請求項3】

請求項1に記載の方法であって、前記膜分離プロセスがクロスフロー膜分離プロセス及びデッドエンドフロー膜分離プロセスからなる群より選択される方法。

【請求項4】

請求項3に記載の方法であって、前記膜分離プロセスが逆浸透、限外ろ過、精密ろ過、ナノろ過、電気透析、電氣的脱イオン化、パーペレーション、膜抽出、膜蒸留、メンブレンストリッピング、及びそれらの組み合わせからなる群より選択される方法。

【請求項 5】

請求項 3 に記載の方法であって、前記膜分離プロセスが逆浸透、限外ろ過、精密ろ過及びナノろ過からなる群から選択される方法。

【請求項 6】

請求項 3 に記載の方法であって、前記不活性蛍光トレーサーが、3, 6 - アクリジンジアミン, N, N, N, N - テトラメチル -, 一塩酸塩; 2 - アントラセンスルホン酸ナトリウム塩; 1, 5 - アントラセンジスルホン酸; 2, 6 - アントラセンジスルホン酸; 1, 8 - アントラセンジスルホン酸; アントラ[9, 1, 2 - c d e]ベンゾ[r s t]ペンタフェン - 5, 10 - ジオール, 16, 17 - ジメトキシ - ビス(硫酸水素), 二ナトリウム塩; パソフェナントロリンジスルホン酸二ナトリウム塩; アミノ 2, 5 - ベンゼンジスルホン酸; 2 - (4 - アミノフェニル) - 6 - メチルベンゾチアゾール; 1 H - ベンゾ[d e]イソキノリン - 5 - スルホン酸, 6 - アミノ - 2, 3 - ジヒドロ - 2 - (4 - メチルフェニル) - 1, 3 - ジオキソ -, 一ナトリウム塩; フェノキサジン - 5 - イウム, 1 - (アミノカルボニル) - 7 - (ジエチルアミノ) - 3, 4 - ジヒドロキシ -, クロライド; ベンゾ[a]フェノキサジン - 7 - イウム, 5, 9 - ジアミノ -, アセテート;

4 - ジベンゾフランスルホン酸; 3 - ジベンゾフランスルホン酸; 1 - エチルキナルジニウムアイオダイド; フルオレセイン; フルオレセイン, ナトリウム塩; キーフルオロホワイト S T; ベンゼンスルホン酸, 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル)ビス[5 - [[4 - [ビス(2 - ヒドロキシエチル)アミノ] - 6 - [(4 - スルホフェニル)アミノ] - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル]アミノ] -, テトラナトリウム塩; C. I. フルオレセントブライトナー 230; ベンゼンスルホン酸, 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル)ビス[5 - [[4 - [ビス(2 - ヒドロキシエチル)アミノ] - 6 - [(4 - スルホフェニル)アミノ] 1, 3, 5 - トリアジン - 2 イル]アミノ] - 四ナトリウム塩; 9, 9 - バシアクリジニウム, 10, 10 - ジメチル -, 二硝酸塩; 1 - デオキシ - 1 - (3, 4 - ジヒドロ - 7, 8 - ジメチル - 2, 4 - ジオキソベンゾ[g]プテリジン - 10 (2 H) - イル) - D - リピトール; 以下に挙げるものからなる群より選択される、ナフトレンモノ -, ジ -, 又はトリ - スルホン酸、

1, 5 - ナフトレンジスルホン酸, 二ナトリウム塩 (水和物);

2 - アミノ - 1 - ナフトレンスルホン酸;

5 - アミノ - 2 - ナフトレンスルホン酸;

4 - アミノ - 3 - ヒドロキシ - 1 - ナフトレンスルホン酸;

6 - アミノ - 4 - ヒドロキシ - 2 - ナフトレンスルホン酸;

7 - アミノ - 1, 3 - ナフトレンスルホン酸, カリウム塩;

4 - アミノ - 5 - ヒドロキシ - 2, 7 - ナフトレンジスルホン酸;

5 - ジメチルアミノ - 1 - ナフトレンスルホン酸;

1 - アミノ - 4 - ナフトレンスルホン酸;

1 - アミノ - 7 - ナフトレンスルホン酸;

及び、2, 6 - ナフトレンジカルボン酸, 二カリウム塩; 3, 4, 9, 10 - ペリレンテトラカルボン酸; C. I. フルオレセントブライトナー 191; C. I. フルオレセントブライトナー 200; ベンゼンスルホン酸, 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル)ビス[5 - (4 - フェニル - 2 H - 1, 2, 3 - トリアゾール - 2 - イル) - 二カリウム塩; ベンゼンスルホン酸, 5 - (2 H - ナフト[1, 2 - d]トリアゾール - 2 - イル) - 2 - (2 - フェニルエチニル) -, ナトリウム塩; 1, 3, 6, 8 - ピレンテトラスルホン酸, 四ナトリウム塩; ピラニン; キノリン; 3 H - フェノキサジン - 3 - オン, 7 - ヒドロキシ -, 10 - 酸化物; キサンチリウム, 9 - (2, 4 - ジカルボキシフェニル) - 3, 6 - ビス(ジエチルアミノ) -, クロライド, 二ナトリウム塩; フェナジニウム, 3, 7 - ジアミノ - 2, 8 - ジメチル - 5 - フェニル -, クロライド; C. I. フルオレセントブライトナー 235; ベンゼンスルホン酸, 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル)ビス(5 - [[4 - [ビス(2 - ヒドロキシエチル)アミノ] - 6 - [(4 - スルホフェニル)

アミノ] - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル] アミノ] - , 四ナトリウム塩 ; ベンゼン
 スルホン酸 , 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [(2 - ヒドロキ
 シプロピル) アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル]
 アミノ] - , 二ナトリウム塩 ; キサンチリウム , 3, 6 - ビス (ジエチルアミノ) - 9 -
 (2, 4 - ジスルホフェニル) - , 分子内塩 , ナトリウム塩 ; ベンゼンスルホン酸 , 2,
 2 - (1, 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [(アミノメチル) (2 - ヒドロキ
 シエチル) アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル] ア
 ミノ] - , 二ナトリウム塩 ; チノポル D C S ; ベンゼンスルホン酸 , 2, 2 - ([1,
 1 - ビフェニル] - 4, 4 - ジイルジ - 2, 1 - エテンジイル) ビス - , 二ナトリウ
 ム塩 ; ベンゼンスルホン酸 , 5 - (2 H - ナフト [1, 2 - d] トリアゾール - 2 - イル
) - 2 - (2 - フェニルエテニル) - , ナトリウム塩 ; 7 - ベンゾチアゾールスルホン酸
 , 2, 2 - (1 - トリアゼン - 1, 3 - ジイルジ - 4, 1 - フェニレン) ビス [6 - メ
 チル - , ナトリウム塩 ; 及びその全てのアンモニウム、カリウム、ナトリウム塩、及び全
 ての類似薬剤、及びそれらの混合物の全て、からなる群より選択される方法。

【請求項 7】

請求項 1 に記載の方法であって、前記不活性蛍光トレーサーが、1 - デオキシ - 1 - (3,
 4 - ヒドロ - 7, 8 - ジメチル - 2, 4 - ジオキソベンゾ [g] プテリジン - 10 (2 H) - イル) - D - リピトール ; フルオレセイン ; フルオレセイン , ナトリウム塩 ; 2
 - アントラセンスルホン酸ナトリウム塩 ; 1, 5 - アントラセンジスルホン酸 ; 2, 6 -
 アントラセンジスルホン酸 ; 1, 8 - アントラセンジスルホン酸 ; 以下に挙げるものから
 なる群から選択されるナフタレンモノ - , ジ - , 又はトリ - スルホン酸、

- 1, 5 - ナフタレンジスルホン酸 , 二ナトリウム塩 (水和物) ;
- 2 - アミノ - 1 - ナフタレンスルホン酸 ;
- 5 - アミノ - 2 - ナフタレンスルホン酸 ;
- 4 - アミノ - 3 - ヒドロキシ - 1 - ナフタレンスルホン酸 ;
- 6 - アミノ - 4 - ヒドロキシ - 2 - ナフタレンスルホン酸 ;
- 7 - アミノ - 1, 3 - ナフタレンスルホン酸 , カリウム塩 ;
- 4 - アミノ - 5 - ヒドロキシ - 2, 7 - ナフタレンジスルホン酸 ;
- 5 - ジメチルアミノ - 1 - ナフタレンスルホン酸 ;
- 1 - アミノ - 4 - ナフタレンスルホン酸 ;
- 1 - アミノ - 7 - ナフタレンスルホン酸 ;

及び、2, 6 - ナフタレンジカルボン酸 , 二カリウム塩 ; 3, 4, 9, 10 - ペリレンテ
 トラカルボン酸 ; C . I . フルオレセントブライトナー 191 ; C . I . フルオレセント
 ブライトナー 200 ; ベンゼンスルホン酸 , 2, 2' - (1, 2 - エテンジイル) ビス [5 - (4 - フェニル - 2 H - 1, 2, 3 - トリアゾール - 2 - イル) - 2 -
 (2 - フェニルエテニル) - , ナトリウム塩 ; 1, 3, 6, 8 - ピレンテトラスルホン酸
 , 四ナトリウム塩 ; ピラニリン ; キノリン ; 3 H - フェノキサジン - 3 - オン , 7 - ヒド
 ロキシ - , 10 - 酸化物 ; キサンチリウム , 9 - (2, 4 - ジカルボキシフェニル) - 3
 , 6 - ビス (ジエチルアミノ) - , クロライド , 二ナトリウム塩 ; フェナジニウム , 3,
 7 - ジアミノ - 2, 8 - ジメチル - 5 - フェニル - , クロライド ; C . I . フルオレセン
 トブライトナー 235 ; ベンゼンスルホン酸 , 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル) ビス
 [5 - [[4 - [ビス (2 - ヒドロキシエチル) アミノ] - 6 - [(4 - スルホフェニル
) アミノ] - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル] アミノ] - , 四ナトリウム塩 ; ベンゼ
 ンスルホン酸 , 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [(2 - ヒドロ
 キシプロピル) アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル
] アミノ] - , 二ナトリウム塩 ; キサンチリウム , 3, 6 - ビス (ジエチルアミノ) - 9
 - (2, 4 - ジスルホフェニル) - , 分子内塩 , ナトリウム塩 ; ベンゼンスルホン酸 , 2,
 2 - (1, 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [(アミノメチル) (2 - ヒドロ
 キシエチル) アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル]

アミノ] - , 二ナトリウム塩 ; チノボル D C S ; ベンゼンスルホン酸 , 2 , 2 - ([1 , 1 ' - ビフェニル] - 4 , 4 - ジイルジ - 2 , 1 - エテンジイル) ビス - , 二ナトリウム塩 ; ベンゼンスルホン酸 , 5 - (2 H - ナフト [1 , 2 - d] トリアゾール - 2 - イル) - 2 - (2 - フェニルエテニル) - , ナトリウム塩 ; 7 - ベンゾチアゾールスルホン酸 , 2 , 2 - (1 - トリアゼン - 1 , 3 - ジイルジ - 4 , 1 - フェニレン) ビス [6 - メチル - , 二ナトリウム塩 ; 及びその全てのアンモニウム、カリウム、ナトリウム塩、及びそれらの混合物の全て、からなる群より選択される方法。

【請求項 8】

請求項 1 に記載の方法であって、前記不活性蛍光トレーサーが 1 , 3 , 6 , 8 - ピレンテトラスルホン酸四ナトリウム塩 ; 1 , 5 - ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム塩 (水和物) ; キサンチリウム , 9 - (2 , 4 - ジカルボキシフェニル) - 3 , 6 - ビス (ジエチルアミノ) - , クロライド , 二ナトリウム塩 ; 1 - デオキシ - 1 - (3 , 4 - ジヒドロ - 7 , 8 - ジメチル - 2 , 4 - ジオキソベンゾ [g] プテリジン - 10 (2 H) - イル) - D - リビトール ; フルオレセイン ; フルオレセイン , ナトリウム塩 ; 2 - アントラセンスルホン酸ナトリウム塩 ; 1 , 5 - アントラセンジスルホン酸 ; 2 , 6 - アントラセンジスルホン酸 ; 1 , 8 - アントラセンジスルホン酸 ; 及びそれらの混合物からなる群より選択される方法。

【請求項 9】

請求項 1 に記載の方法であって、前記標識蛍光剤が少なくとも一つの蛍光基で標識された水溶性ポリマーからなる標識蛍光剤である方法。

【請求項 10】

請求項 9 に記載の方法であって、前記蛍光基が、ヒドロキシアリルオキシプロピルナフタルイミドクワット、4 - メトキシ - N - (3 - N N - ジメチルアミノプロピル) ナフタルイミド、2 - ヒドロキシ - 3 - アリルオキシプロピルクワット、8 - (3 - ビニルベンジルオキシ) - 1 , 3 , 6 - ピレントリスルホン酸、8 - (4 - ビニルベンジルオキシ) - 1 , 3 , 6 - ピレントリスルホン酸、8 - (アリルオキシ) - 1 , 3 , 6 - ピレントリスルホン酸、1 - (置換) ナフタレン、9 - (置換) アントラセン、2 - (置換) キノリンモノヒドロクロライド、2 - (置換) ベンズイミダゾール、5 - (置換) フルオレセイン、4 - (置換) クマリン、クマリン誘導体、3 - (置換) - 6 , 7 - ジメトキシ - 1 - メチル - 2 (1 H) - キノキサゾキンオン、それらの混合物及びそれらの誘導体からなる群より選択される方法。

【請求項 11】

請求項 9 に記載の方法であって、前記水溶性ポリマーが、アクリルアミド、アクリル酸、メチルアクリルアミド、ビニルアセテート、ジメチルアミノエチルアクリレートメチルクロライド第 4 級塩、ジメチルアミノエチルアクリレートベンジルクロライド第 4 級塩、ジアリルジメチルアンモニウムクロライド、N - ビニルホルムアミド、ジメチルアミノエチルメタクリレートメチルクロライド第 4 級塩、ジメチルアミノエチルメタクリレートベンジルクロライド第 4 級塩、メタクリルアミノプロピルトリメチルアンモニウムクロライド、アクリルアミドプロピルトリメチルアンモニウムクロライド、及びそれらの組み合わせからなる群より選択されるモノマーからなる方法。

【請求項 12】

請求項 1 に記載の方法であって、前記標識蛍光剤が、コポリマーの重量の約 2 % 以下の量の、ヒドロキシアリルオキシプロピルナフタイミドクワットで標識される、アクリレート及びアクリルアミドのコポリマーからなる方法。

【請求項 13】

請求項 1 に記載の方法であって、前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤がそれぞれ 5 p p t から 1000 p p m の量の範囲で供給流に導入される方法。

【請求項 14】

請求項 1 に記載の方法であって、前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤がそれぞれ 1 p p b から 50 p p m の量の範囲で供給流に導入される方法。

【請求項 15】

請求項 1 に記載の方法であって、前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤がそれぞれ 5 p p b から 5 0 p p b の量の範囲で供給流に導入される方法。

【請求項 16】

請求項 1 に記載の方法であって、不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤が、供給流への添加の前にスケーリング及び/又は付着物を処理することが可能な処方物へ添加される方法。

【請求項 17】

工業プロセスにおける使用に適する、水精製プロセスの膜分離システムのモニタリング方法であって、供給流から溶質を除去することが可能な膜を含み；

不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を前記供給流へ添加し；

前記膜を前記供給流と接触させ；

前記供給流を透過流と濃縮流に分離して溶質を前記供給流から除去し；

前記供給流、前記透過流、及び前記濃縮流のうち少なくとも一つの中に、

前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の蛍光信号を検知する、蛍光光度計を備え付け；

前記蛍光光度計を使用して、前記供給流、前記透過流、及び前記濃縮流のうち少なくとも一つにおいて前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の量を測定し；

前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の測定可能な量に基づき前記標識蛍光剤に対する前記不活性蛍光トレーサーの比を決定する；工程からなる方法。

【請求項 18】

請求項 17 に記載の方法であって、更に、前記の比に基づき、前記供給流からの溶質の除去を評価する工程からなる方法。

【請求項 19】

請求項 17 に記載の方法であって、前記工業プロセスが原水プロセス、排水プロセス、工業用水プロセス、上水道処理、食料及び飲料プロセス、製薬プロセス、電気機器の製造、ユティリティオペレーションズ(utility operations)、パルプ及び紙プロセス、採鉱及び鉱物プロセス、輸送関連プロセス、織物プロセス、めっき及び金属加工プロセス、洗濯及び清掃プロセス、皮革及びなめしプロセス、塗装プロセスからなる群から選択される方法。

【請求項 20】

請求項 17 に記載の方法であって、前記膜に対してクロスフロー及び垂直な流れ方向のうち少なくとも一つの状態で、前記供給流が前記膜に接触し、供給流から溶質が除去される方法。

【請求項 21】

請求項 17 に記載の方法であって、前記不活性蛍光トレーサーが、3, 6 - アクリジンジアミン, N, N, N, N - テトラメチル -, 一塩酸塩；2 - アントラセンシルホン酸ナトリウム塩；1, 5 - アントラセンジスルホン酸；2, 6 - アントラセンジスルホン酸；1, 8 - アントラセンジスルホン酸；アントラ[9, 1, 2 - c d e]ベンゾ[r s t]ペンタフェン - 5, 10 - ジオール, 16, 17 - ジメトキシ - ビス(硫酸水素), 二ナトリウム塩；パソフェナントロリンジスルホン酸二ナトリウム塩；アミノ 2, 5 - ベンゼンジスルホン酸；2 - (4 - アミノフェニル) - 6 - メチルベンゾチアゾール；1 H - ベンゾ[d e]イソキノリン - 5 - スルホン酸, 6 - アミノ - 2, 3 - ジヒドロ - 2 - (4 - メチルフェニル) - 1, 3 - ジオキソ -, 一ナトリウム塩；フェノキサジン - 5 - イウム, 1 - (アミノカルボニル) - 7 - (ジエチルアミノ) - 3, 4 - ジヒドロキシ -, クロライド；ベンゾ[a]フェノキサジン - 7 - イウム, 5, 9 - ジアミノ -, アセテート；4 - ジベンゾフランシルホン酸；3 - ジベンゾフランシルホン酸；1 - エチルキナールジニウムアイオダイド；フルオレセイン；フルオレセイン, ナトリウム塩；キーフルオロホワイト S T；ベンゼンシルホン酸, 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル)ビス[5 - [[4 - [ビス(2 - ヒドロキシエチル)アミノ] - 6 - [(4 - スルホフェニル)アミ

ノ] - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル] アミノ] - , 四ナトリウム塩 ; C . I . フル
 オレセントブライトナー 230 ; ベンゼンスルホン酸 , 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル
 ル) ビス [5 - [[4 - [ビス (2 - ヒドロキシエチル) アミノ] - 6 - [(4 - スルホ
 フェニル) アミノ] 1, 3, 5 - トリアジン - 2 イル] アミノ] - 四ナトリウム塩 ; 9 ,
 9 - バイアクリジニウム , 10 , 10 - ジメチル - , 二硝酸塩 ; 1 - デオキシ - 1 -
 (3, 4 - ジヒドロ - 7, 8 - ジメチル - 2, 4 - ジオキソベンゾ [g] プテリジン - 1
 0 (2 H) - イル) - D - リビトール ; 以下に挙げるものからなる群より選択された、ナ
 フタレンモノ - , ジ - , 又はトリ - スルホン酸、

1, 5 - ナフタレンジスルホン酸 , 二ナトリウム塩 (水和物) ;

2 - アミノ - 1 - ナフタレンスルホン酸 ;

5 - アミノ - 2 - ナフタレンスルホン酸 ;

4 - アミノ - 3 - ヒドロキシ - 1 - ナフタレンスルホン酸 ;

6 - アミノ - 4 - ヒドロキシ - 2 - ナフタレンスルホン酸 ;

7 - アミノ - 1, 3 - ナフタレンスルホン酸 , カリウム塩 ;

4 - アミノ - 5 - ヒドロキシ - 2, 7 - ナフタレンジスルホン酸 ;

5 - ジメチルアミノ - 1 - ナフタレンスルホン酸 ;

1 - アミノ - 4 - ナフタレンスルホン酸 ;

1 - アミノ - 7 - ナフタレンスルホン酸 ;

及び、2, 6 - ナフタレンジカルボン酸 , 二カリウム塩 ; 3, 4, 9, 10 - ペリレンテ
 トラカルボン酸 ; C . I . フルオレセントブライトナー 191 ; C . I . フルオレセント
 ブライトナー 200 ; ベンゼンスルホン酸 , 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル) ビス [
 5 - (4 - フェニル - 2 H - 1, 2, 3 - トリアゾール - 2 - イル) - 2 - イル) - 2 -
 (2 - フェニルエテニル) - , ナトリウム塩 ; 1, 3, 6, 8 - ピレンテトラスルホン酸
 , 四ナトリウム塩 ; ピラニン ; キノリン ; 3 H - フェノキサジン - 3 - オン , 7 - ヒドロ
 キシ - , 10 - 酸化物 ; キサンチリウム , 9 - (2, 4 - ジカルボキシフェニル) - 3,
 6 - ビス (ジエチルアミノ) - , クロライド , 二ナトリウム塩 ; フェナジニウム , 3, 7
 - ジアミノ - 2, 8 - ジメチル - 5 - フェニル - , クロライド ; C . I . フルオレセント
 ブライトナー 235 ; ベンゼンスルホン酸 , 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル) ビス (5 -
 [[4 - [ビス (2 - ヒドロキシエチル) アミノ] - 6 - [(4 - スルホフェニル)
 アミノ] - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル] アミノ] - , 四ナトリウム塩 ; ベンゼン
 スルホン酸 , 2, 2 - (1, 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [(2 - ヒドロキシ
 シプロピル) アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル]
 アミノ] - , 二ナトリウム塩 ; キサンチリウム , 3, 6 - ビス (ジエチルアミノ) - 9 -
 (2, 4 - ジスルホフェニル) - , 分子内塩 , ナトリウム塩 ; ベンゼンスルホン酸 , 2,
 2 - (1, 2 - エテンジイル) ビス [5 - [[4 - [(アミノメチル) (2 - ヒドロキシ
 エチル) アミノ] - 6 - (フェニルアミノ) - 1, 3, 5 - トリアジン - 2 - イル] ア
 ミノ] - , 二ナトリウム塩 ; チノポル DCS ; ベンゼンスルホン酸 , 2, 2 - ([1,
 1 - ビフェニル] - 4, 4 - ジイルジ - 2, 1 - エテンジイル) ビス - , 二ナトリウ
 ム塩 ; ベンゼンスルホン酸 , 5 - (2 H - ナフト [1, 2 - d] トリアゾール - 2 - イル
) - 2 - (2 - フェニルエテニル) - , ナトリウム塩 ; 7 - ベンゾチアゾールスルホン酸
 , 2, 2 - (1 - トリアゼン - 1, 3 - ジイルジ - 4, 1 - フェニレン) ビス [6 - メ
 チル - , ナトリウム塩 ; 及びその全てのアンモニウム、カリウム、ナトリウム塩、及びそ
 れらの混合物の全て、からなる群より選択される方法。

【請求項 22】

請求項 17 に記載の方法であって、前記標識蛍光剤が、ヒドロキシアリルオキシプロピ
 ルナフタルイミドクワット、4 - メトキシ - N - (3 - N - N - ジメチルアミノプロピ
 ル) ナフタルイミド、2 - ヒドロキシ - 3 - アリルオキシプロピルクワット、8 - (3 -
 ビニルベンジルオキシ) - 1, 3, 6 - ピレントリスルホン酸、8 - (4 - ビニルベンジ
 ルオキシ) - 1, 3, 6 - ピレントリスルホン酸、8 - (アリルオキシ) - 1, 3, 6 -

ピレントリルスルホン酸、1 - (置換)ナフタレン、9 - (置換)アントラセン、2 - (置換)キノリンモノヒドロクロライド、2 - (置換)ベンズイミダゾール、5 - (置換)フルオレセイン、4 - (置換)クマリン、クマリン誘導体、3 - (置換) - 6, 7 - ジメトキシ - 1 - メチル - 2 (1H) - キノキサゾキンオン、それらの混合物、及びそれらの誘導体からなる群より選択される少なくとも一つの蛍光基で標識された重合 (polymeric) 水溶性化合物からなる方法。

【請求項 23】

工業プロセスにおける使用に適した水性供給流を精製することが可能な膜分離システムであって：

前記水性供給流から一以上の溶質を除去するため、不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を含む前記水性供給流を透過流及び濃縮流に分離することができる半透過膜；

前記水性供給流、前記透過流及び前記濃縮流のうち少なくとも一つにおいて、5 ppt から 100 ppm の範囲で前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の量を蛍光分析的に測定することが可能な検知装置であり、前記検知装置は測定された不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の量を表示する信号を発生させることが可能であるもの；

及び、前記水性供給流の精製をモニター及び/又はコントロールするための信号を処理することが可能であるコントローラー；からなる膜分離システム。

【請求項 24】

請求項 23 に記載のシステムであって、前記膜分離システムが、操作上のパラメータ、化学的パラメータ、前記標準蛍光剤に対する前記不活性蛍光トレーサーの比、機械的パラメータ、及びそれらの組み合わせからなる群より選択される、膜分離に固有の一以上のプロセスパラメータを評価することができるシステム。

【請求項 25】

請求項 23 に記載のシステムであって、前記コントローラーが、膜分離の最中に、スケールリング及び/又は付着物を処理する目的で、前記供給流中に添加される処理剤の量を制御可能に調節することが可能なコントローラーであるシステム。

【請求項 26】

工業プロセスに使用される膜分離プロセスをモニター及びコントロールする方法であって、供給流から溶質を除去することが可能な膜を含み：

不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤を前記供給流へ添加し；

前記膜を前記供給流に接触させ；

前記供給流を第一流出流及び第二流出流に分離して、前記供給流から溶質を除去し；

前記供給流、前記第一流出流及び前記第二流出流のうち少なくとも一つの中に、前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の蛍光信号を検知する、蛍光光度計を備え付け；

前記蛍光光度計を使用して、前記供給流、前記第一流出流及び前記第二流出流のうち少なくとも一つの不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の量を、5 ppt から 1000 ppm の範囲で計測し；及び、

前記不活性蛍光トレーサー及び標識蛍光剤の測定可能な量に基づき、前記膜分離プロセスに固有の一以上のプロセスパラメータを評価する；工程からなる方法。

【請求項 27】

請求項 26 に記載の方法であって、前記膜分離システムが、操作上のパラメータ、化学的パラメータ、前記標準蛍光剤に対する前記不活性蛍光トレーサーの比、機械的パラメータ、及びそれらの組み合わせからなる群より選択される、プロセスパラメータを評価することができる方法。

【請求項 28】

請求項 27 に記載の方法であって、一以上のパラメータを制御可能に及び応答的に調整して、前記膜分離システムの性能を高めることからなる方法。

【請求項 29】

請求項 26 に記載の方法であって、スケーリング及び/又は付着物を処理する目的で前記膜分離プロセスへ添加される処理剤をモニタリング及びコントロールすることからなる方法。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/US03/01209

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
IPC(7) : B01D 65/08 US CL : 210/636 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) U.S. : 210/636, 94,143,321.69, 639, 650, 651, 652, 696, 709, 745; 422/14, 62, 82.05, 82.08, 82.09; 436/55, 56, 164 and 172		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A,P	US 6,312,644 A (MORIARTY et al) 06 November 2001, see entire document	1-29
Y	US 6,113,797 A (AL-SAMADI) 05 September 2000, see entire document	3-5 and 20
Y	US 5,435,969 A (HOOTS et al) 25 July 1995, see entire document	1-29
A	US 5,260,386 A (FONG et al) 09 November 1993, see entire document	1-29
Y	US 5,171,450 A (HOOTS) 15 December 1992, see entire document	1-29
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents:		
"A"	document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"E"	earlier document published on or after the international filing date	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"L"	document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"O"	document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"&" document member of the same patent family
"P"	document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report	
13 MARCH 2003	07 APR 2003	
Name and mailing address of the ISA/US Commissioner of Patents and Trademarks Box PCT Washington, D.C. 20231 Facsimile No. (703) 305-3230	Authorized officer JOSEPH DRODGE Telephone No. (703)-308-0661	

フロントページの続き

(51) Int.Cl. ⁷	F I	テーマコード(参考)
B 0 1 D 61/54	B 0 1 D 61/54	
B 0 1 D 61/58	B 0 1 D 61/58	
B 0 1 D 65/10	B 0 1 D 65/10	

(81) 指定国 AP(GH,GM,KE,LS,MW,MZ,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT, BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HU,IE,IT,LU,MC,NL,PT,SE,SI,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN, GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC, EE,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,MA,MD,MG,MK,MN,MW,M X,MZ,NO,NZ,OM,PH,PL,PT,RO,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,UZ,VC,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(74) 代理人 100108800

弁理士 星野 哲郎

(72) 発明者 ズィハー, イー., エイチ., ケリー

アメリカ合衆国, 6 0 5 4 0 イリノイ州, ネイパーヴィル, ベントン アヴェニュー 2 1 3

(72) 発明者 ホ, ボスコ, ピー.

アメリカ合衆国, 6 0 1 8 7 イリノイ州, ホイートン, ロッシニ コート, 4 6

(72) 発明者 フーツ, ジョン, イー.

アメリカ合衆国, 6 0 1 7 4 イリノイ州, セイント チャールズ, ランキャスター アヴェニュー
- 1 4 3 0

F ターム(参考) 4D006 GA03 GA06 GA07 GA13 GA17 GA23 GA25 GA27 KA51 KA90
KE02P KE03P KE04P LA06 LA10 PB02 PB06 PB08 PC11 PC22
PC25 PC42