

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2007-289932

(P2007-289932A)

(43) 公開日 平成19年11月8日(2007.11.8)

(51) Int. Cl.

B 0 1 D 67/00 (2006.01)

B 0 1 D 65/10 (2006.01)

F I

B 0 1 D 67/00

B 0 1 D 65/10

テーマコード (参考)

4 D 0 0 6

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2007-73421 (P2007-73421)
 (22) 出願日 平成19年3月20日 (2007.3.20)
 (31) 優先権主張番号 特願2006-86468 (P2006-86468)
 (32) 優先日 平成18年3月27日 (2006.3.27)
 (33) 優先権主張国 日本国(JP)

(71) 出願人 306037311
 富士フイルム株式会社
 東京都港区西麻布2丁目26番30号
 (74) 代理人 100083116
 弁理士 松浦 憲三
 (72) 発明者 中村 敏和
 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士フ
 イルム株式会社内
 Fターム(参考) 4D006 GA07 LA03 MC16 MC18 MC23
 MC28 MC54 MC62X NA10 NA14
 NA61 NA64 PB24 PC01 PC11
 PC42

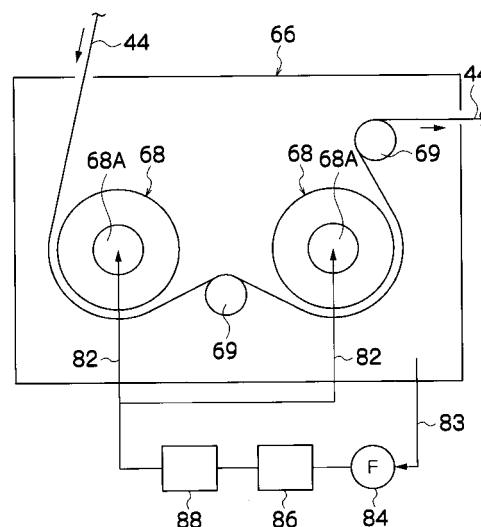
(54) 【発明の名称】 微孔性膜の製造方法及び装置

(57) 【要約】

【課題】濡れ剤の塗布部分からのカビ菌の発生を防止できる微孔性膜の製造方法及び装置を提供する。

【解決手段】微孔性膜44の製造装置10は、微孔性膜44に濡れ剤を塗布するハケ部材62と、塗布した濡れ剤を乾燥させるドラム68とを備える。ドラム68にエアを供給する送気ライン82上には、HEPAフィルタを有するフィルタユニット86が配設される。

【選択図】 図2



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

微孔性膜の表面に濡れ剤を塗布する濡れ剤塗布工程と、前記濡れ剤塗布工程で塗布した濡れ剤を乾燥させる濡れ剤乾燥工程とを有する微孔性膜の製造方法において、

前記濡れ剤乾燥工程は、H E P Aフィルタを通過したエアを前記微孔性膜の表面に吹きつけることを特徴とする微孔性膜の製造方法。

【請求項 2】

前記微孔性膜は、食品工業用又は製薬工業用であることを特徴とする請求項 1 に記載の微孔性膜の製造方法。

【請求項 3】

微孔性膜の表面に濡れ剤を塗布する濡れ剤塗布装置と、前記濡れ剤塗布装置によって塗布された濡れ剤を乾燥させる濡れ剤乾燥装置とを有する微孔性膜の製造装置において、

前記濡れ剤乾燥装置は、

その外面に複数の噴射口を有し、該噴射口からエアを噴射することによって前記微孔性膜を前記外面から浮上させて支持する無接触搬送ローラと、

前記無接触搬送ローラにエア供給ラインを介して接続され、前記噴射口から噴射されるエアを前記無接触搬送ローラに送気する送気手段と、

前記エア供給ライン上に配設されたH E P Aフィルタと、

を備えたことを特徴とする微孔性膜の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は微孔性膜の製造方法及び装置に係り、特に製薬工業、食品工業、電子工業、原子力工業などの分野で用いられるポリスルホン系の微孔性膜の製造方法及び装置に関する。

【背景技術】

【0002】

製薬工業、食品工業などの分野では、 $0.1 \sim 5 \mu m$ 程度の微粒子や菌を除去するために微孔性膜が用いられる。この微孔性膜は一般に、セルロースエステル、脂肪族ポリアミド、ポリフルオロカーボン、ポリスルホン、ポリプロピレン等を原料として製造される。

【0003】

微孔性膜には、微孔の孔径が膜厚方向に均一な対称膜と、孔径が膜厚方向に変化する非対称膜とがある。特許文献 1 には、膜の内部に最小孔径層を有する微孔性膜を製造する方法が記載されている。この微孔性膜は、膜の表面の孔径が内部の孔径よりも大きいので、濾過抵抗が小さく、且つ、微粒子や菌の補足効率が高い。また、特許文献 1 の微孔性膜は、その表面を欠損しても濾過性能が劣化せず、常に高い濾過性能を維持することができる。

【0004】

このような微孔性膜は、たとえばカートリッジに組み込まれて使用される（特許文献 2 参照）。カートリッジは通常、微孔性膜の組み込み後に完全性試験が行われる。この試験は、微孔性膜にピンホールや破れなどの欠陥がないことを確認するためであり、たとえばバブルポイント法、拡散流量法、圧力保持法が用いられる。いずれの方法においても、微孔性膜を濡らした状態で試験が行われる。しかし、カートリッジの組み込まれた微孔性膜は、カートリッジとのシール部、すなわち微孔性膜の幅方向の端部において濡れにくいという問題がある。このため、特許文献 2 では、幅方向の両端部に濡れ剤を塗布している。

【特許文献 1】特開昭 63 - 139930 号公報

【特許文献 2】特開 2002 - 224539 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

10

20

30

40

50

ところで、濡れ剤にはポリビニルピロリドンなどの親水性ポリマーが用いられるため、そのままではカビ菌が発生しやすいという問題がある。特に微孔性膜を食品製造工場や医薬品製造工場で使用する場合には、濡れ剤や膜の原料に防腐剤を入れることができないため、濡れ剤の塗布部分にカビ菌が発生しやすいという問題がある。

【 0 0 0 6 】

このため、従来は、微孔性膜をカートリッジに組み込んだ後に、カートリッジ全体を殺菌処理しなければならなかった。しかしながら、カートリッジに組み込んだ後であるため、微孔性膜の完全な殺菌処理が難しいという問題があり、微孔性膜の製造の段階で、カビ菌の発生しにくい微孔性膜が欲しいという要望がある。

【 0 0 0 7 】

本発明はこのような事情に鑑みて成されたもので、濡れ剤の塗布部分からのカビ菌の発生を防止できる微孔性膜を製造する製造方法及び装置を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 8 】

請求項 1 に記載の発明は前記目的を達成するために、微孔性膜の表面に濡れ剤を塗布する濡れ剤塗布工程と、前記濡れ剤塗布工程で塗布した濡れ剤を乾燥させる濡れ剤乾燥工程とを有する微孔性膜の製造方法において、前記濡れ剤乾燥工程は、H E P A フィルタを通過したエアを前記微孔性膜の表面に吹きつけることを特徴とする。

【 0 0 0 9 】

本発明の発明者は、濡れ剤の塗布部でカビ菌が発生する主な原因が、塗布後の濡れ剤を乾燥させるためのエアにあり、このエアをH E P A フィルタに通過させて微孔性膜の表面に吹きつけることによって、濡れ剤の塗布部分からカビ菌が発生することを防止できるという知見を得た。

【 0 0 1 0 】

本発明はこのような知見に基づいて成されたものであり、濡れ剤を塗布した微孔性膜に、H E P A フィルタを通過したエアを吹きつけて濡れ剤を乾燥させるようにしたので、濡れ剤の塗布部分からカビ菌が発生することを防止することができる。

【 0 0 1 1 】

請求項 2 に記載の発明は請求項 1 の発明において、前記微孔性膜は、食品工業用又は製薬工業用であることを特徴とする。食品工業や製薬工業で用いられる微孔性膜は、防腐剤を用いることができないのでカビ菌が発生しやすいが、このような用途の微孔性膜の製造に本発明を適用するとカビ菌の発生を防止でき、効果的である。

【 0 0 1 2 】

請求項 3 に記載の発明は前記目的を達成するために、微孔性膜の表面に濡れ剤を塗布する濡れ剤塗布装置と、前記濡れ剤塗布装置によって塗布された濡れ剤を乾燥させる濡れ剤乾燥装置とを有する微孔性膜の製造装置において、前記濡れ剤乾燥装置は、その外面に複数の噴射口を有し、該噴射口からエアを噴射することによって前記微孔性膜を前記外面から浮上させて支持する無接触搬送ローラと、前記無接触搬送ローラにエア供給ラインを介して接続され、前記噴射口から噴射されるエアを前記無接触搬送ローラに送気する送気手段と、前記エア供給ライン上に配設されたH E P A フィルタと、を備えたことを特徴とする。

【発明の効果】

【 0 0 1 3 】

本発明によれば、濡れ剤を塗布した微孔性膜に、H E P A フィルタを通過させたエアを吹きつけて濡れ剤を乾燥させるようにしたので、濡れ剤の塗布部分からカビ菌が発生することを防止することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【 0 0 1 4 】

以下添付図面に従って本発明に係る微孔性膜の製造方法及び装置の好ましい実施形態について説明する。

10

20

30

40

50

【 0 0 1 5 】

図 1 は本実施の形態における微孔性膜の製造装置の構成を模式的に示している。同図に示す溶解タンク 1 2 は、微孔性膜形成用のドーブを調製するタンクであり、この溶解タンク 1 2 の内部で、膜形成用のポリマーが溶媒に溶解されてドーブが調製される。溶解タンク 1 2 にはジャケット 1 4 が取り付けられており、このジャケット 1 4 に熱媒体を循環させることによって、溶解タンク 1 2 内のドーブが一定温度に保持される。

【 0 0 1 6 】

溶解タンク 1 2 内のドーブは、その温度及び溶解状態が安定した状態で、送液ポンプ 1 6 によって塗布装置のダイ 1 8 に送られる。そして、ドーブは、ダイ 1 8 の先端から帯状支持体 2 0 に向けて連続的に吐出される。

10

【 0 0 1 7 】

帯状支持体 2 0 は、たとえばポリエステルフィルムから成り、ロール状に巻回されて巻戻ローラ 2 2 に装着されている。帯状支持体 2 0 は、巻戻ローラ 2 2 から巻き戻され、ドラム 2 4 に巻きかけられて支持される。そして、この帯状支持体 2 0 は、後述の凝固槽 2 6 内でガイドローラ 2 8、2 8 にガイドされた後、ガイドローラ 3 0、剥離ローラ 3 2 を経て、巻取ローラ 3 4 によってロール状に巻回される。

【 0 0 1 8 】

前述のダイ 1 8 から吐出されたドーブは、ドラム 2 4 に巻きかけ支持された帯状支持体 2 0 上に流延塗布される。これにより、帯状支持体 2 0 の表面にドーブの液膜（後に微孔性膜 4 4 となる膜）が形成される。

20

【 0 0 1 9 】

ドーブの液膜が形成された帯状支持体 2 0 は、まず、調湿ゾーン 3 6 を鉛直に下方方向に走行する。調湿ゾーン 3 6 は、そのケーシング 3 8 が、ドラム 2 4 から凝固槽 2 6 までの帯状支持体 2 0 の液膜側表面を覆うように形成されている。また、調湿ゾーン 3 6 の内部は、調湿されたエアが帯状支持体 2 0 の走行方向に（すなわち下方に向けて）送風されている。具体的には、調湿ゾーン 3 6 の上部に調湿エアの給気口 3 6 A が設けられ、調湿ゾーン 3 6 の下部に調湿エアの排気口 3 6 B が設けられる。給気口 3 6 A と排気口 3 6 B には、循環ダクト 4 0 が接続されており、この循環ダクト 4 0 に空調機 4 2 が設けられる。空調機 4 2 は、排気口 3 6 B からエアを吸引し、このエアの温湿度を調節した後、給気口 3 6 A に送気する。これにより、所定の温室度に調節された調湿エアが調湿ゾーン 3 6 に送気され、調湿ゾーン 3 6 の内部が所定の温湿度に維持される。

30

【 0 0 2 0 】

なお、調湿エアは、温度 1 5 ~ 6 0 で、相対湿度 1 0 ~ 8 0 %、風速 0 . 2 ~ 4 m / s e c の範囲内で調節することが好ましい。また、調湿ゾーン 3 6 では、帯状支持体 2 0 の表面の液膜が、調湿エアに 2 ~ 1 7 秒間、曝されることが好ましい。

【 0 0 2 1 】

調湿ゾーン 3 6 を通過することによって帯状支持体 2 0 上の液膜は、表面から内部に向かってコアセルベーションを起こし、微細なコアセルベーション相を液膜の表面から内部に形成する。すなわち、調湿ゾーン 3 6 では、空気中から非溶媒蒸気（たとえば水分）を吸収せしめる一方で溶媒を蒸発させ、表面近傍にのみ相分離状態を作り出すので、後述の凝固槽 2 6 で微孔性膜を形成した際に、膜の内部に微細孔を形成し、膜の表面に比較的大きな細孔を形成することができる。

40

【 0 0 2 2 】

調湿ゾーン 3 6 を通過した帯状支持体 2 0 は、凝固槽 2 6 内のガイドローラ 2 8、2 8 にガイドされて走行することによって、凝固槽 2 6 内の凝固液に浸漬される。凝固液としては、ドーブのポリマーに対して非溶媒であり、且つ、ポリマーの溶媒に相溶性を有する液（たとえば水）が好ましい。この凝固液に浸漬されることによって、帯状支持体 2 0 の表面の液膜は、溶媒が溶けて凝固液に置換され、溶媒置換が行われる。そして、調湿ゾーン 3 6 で形成されたコアセルベーション相を微細孔として固定させると同時に、液膜の相分離によって微細孔以外の細孔を形成し、微孔性膜 4 4 が形成される。

50

【 0 0 2 3 】

微孔性膜 4 4 は帯状支持体 2 0 に密着した状態で凝固槽 2 6 から導出される。そして、剥離ローラ 3 2 によって帯状支持体 2 0 が微孔性膜 4 4 から剥離され、剥離後の帯状支持体 2 0 が巻取ローラ 3 4 に巻き取られる。

【 0 0 2 4 】

一方、剥離後の微孔性膜 4 4 は、フィードローラ 4 6 を駆動することによって走行し、水洗槽 4 8 に導入される。水洗槽 4 8 の内部には、水洗液中にターンバー 5 0、5 0 ... が設けられており、このターンバー 5 0、5 0 ... によって微孔性膜 4 4 がガイドされる。そして、微孔性膜 4 4 が水洗槽 4 8 内の水洗液中を走行することによって、微孔性膜 4 4 に付着した溶媒等が洗い落とされる。

10

【 0 0 2 5 】

水洗後の微孔性膜 4 4 は、乾燥室 5 2 に送られる。乾燥室 5 2 には、乾燥ドラム 5 4、5 4 ... が設けられており、この乾燥ドラム 5 4、5 4 ... に巻きかけられることによって微孔性膜 4 4 が乾燥される。

【 0 0 2 6 】

乾燥後の微孔性膜 4 4 は、濡れ剤の塗布室 5 6 に送られる。塗布室 5 6 には、濡れ剤の調製タンク 5 8 が設けられており、この調製タンク 5 8 によって濡れ剤が調製される。濡れ剤としては、食品や医薬品に混入しても安全であり、且つ、水に容易に洗浄除去可能な材料が好ましい。たとえばポリビニルピロリドン及びその誘導体、メチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース及びそれらの誘導体、エチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース及びそれらの誘導体などの親水性ポリマーは、安全性が高く、濡らし効果が高く、且つ水洗で容易に洗い落とせるので好ましい。同様の理由から、炭素数が 6 ~ 2 4 のアルキルスルホン酸塩及び蔗糖高級脂肪酸エステルなどの界面活性剤も好ましい。このアルキルスルホン酸塩としては、ナトリウム塩、カリウム塩及びリチウム塩が好ましく、蔗糖脂肪酸エステルの脂肪酸は、炭素数は 6 ~ 2 4 が好ましい。

20

【 0 0 2 7 】

調製タンク 5 8 内の濡れ剤は、不図示のポンプによってチューブ 6 0 を介して送液される。チューブ 6 0 の先端には、フェルト等から成るハケ部材 6 2 が設けられており、このハケ部材 6 2 が、ガイドローラ 6 4、6 4 にガイドされた微孔性膜 4 4 の幅方向の両端部に接触するようになっている。これにより、微孔性膜 4 4 の幅方向の両端部に濡れ剤が塗布される。

30

【 0 0 2 8 】

濡れ剤の塗布量としては、たとえばポリビニルピロリドン及びその誘導体の場合、1 ~ 6 g / m² が好ましく、2 ~ 4 g / m² がより好ましい。メチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース及びそれらの誘導体の場合には 0 . 1 ~ 1 g / m² が好ましく、0 . 2 ~ 0 . 6 g / m² がより好ましい。界面活性剤の場合には、0 . 0 5 ~ 0 . 1 g / m² が好ましく、0 . 1 ~ 0 . 3 g / m² がより好ましい。塗布する位置は、膜のそれぞれの端から数ミリメートルだけでよい。

【 0 0 2 9 】

なお、濡れ剤の塗布方法は、上記の方法に限定されるものではなく、たとえば、濡れ剤をスポンジや布に染み込ませたものを微孔性膜 4 4 に接触させることによって塗布したり、ビードコート、グラビアコート、パーコーターなどの既知の塗布方法で塗布したりしてもよい。

40

【 0 0 3 0 】

濡れ剤が塗布された微孔性膜 4 4 は、濡れ剤の乾燥室 6 6 に送られる。乾燥室 6 6 には、無接触搬送ドラム 6 8、6 8 が設けられており、このドラム 6 8、6 8 の外周面には、エアを吹き出す多数の孔が設けられる。微孔性膜 4 4 は、このドラム 6 8、6 8 に巻きかけられることによって、無接触で支持されて搬送され、微孔性膜 4 4 の表面の濡れ剤が乾燥処理される。

【 0 0 3 1 】

50

濡れ剤が乾燥した微孔性膜 4 4 は、所定の温湿度に調節された調整室 7 0 内をガイドローラ 7 2、7 2 ... にガイドされて走行した後、巻取室 7 4 に送られてロール状に巻き取られる。

【0032】

次に本発明の特徴部分である濡れ剤の乾燥工程について説明する。図 2 は、濡れ剤乾燥工程を模式的に示したものである。図 2 に示す濡れ剤乾燥室 6 6 には、ドラム（無接触搬送ローラに相当）6 8、6 8 とガイドローラ 6 9、6 9 が設けられている。濡れ剤乾燥室 6 6 の内部において微孔性膜 4 4 は、その表面側（濡れ剤の塗布面側）がドラム 6 8、6 8 によって無接触でガイドされ、裏面側がガイドローラ 6 9、6 9 によって直接接触してガイドされて搬送される。なお、ドラム 6 8 とガイドローラ 6 9 の個数及び配置は図 2 に限定されるものではなく、たとえば一個又は三個以上のドラム 6 8 を設けてもよい。

【0033】

ドラム 6 8 は、図 3 に示すように円筒状に形成される。ドラム 6 8 の一方の側面（不図示）は封止され、もう一方の側面は給気口 6 8 A が設けられており、この給気口 6 8 A からドラム 6 8 の内部にエアが給気される。また、ドラム 6 8 の外周面には、多数の貫通孔 6 8 B、6 8 B ... が形成されており、ドラム 6 8 の内部に給気されたエアを貫通孔 6 8 B、6 8 B ... から外部に向けて噴射できるようになっている。貫通孔 6 8 B、6 8 B ... は、ドラム 6 8 の外周面のうち、微孔性膜 4 4 がラップする範囲において（すなわち、微孔性膜 4 4 が対向する範囲において）、均等な間隔で千鳥状に配置されている。これにより、ドラム 6 8 にラップされた微孔性膜 4 4 を、貫通孔 6 8 B から噴射したエアによって安定して浮上支持することができる。なお、ドラム 6 8 の内部にその内部空間を幅方向に区切る規制板（不図示）を幅方向に移動自在に設け、この規制板を微孔性膜 4 4 の幅方向の端部位置に合わせるとよい。この場合、規制板の内側にエアを供給することによって、微孔性膜 4 4 に対向する貫通孔 6 8 B、6 8 B ... のみからエアが噴射されるので、微孔性膜 4 4 をより安定して浮上支持することができる。

【0034】

図 2 に示すように、ドラム 6 8、6 8 の給気口 6 8 A、6 8 A には、送気ライン 8 2、8 2 が接続される。この送気ライン 8 2、8 2 は、ヒータユニット 8 8、フィルタユニット 8 6 を介して、ファン 8 4 の送風口に接続されている。ファン 8 4 は、その吸気口が吸気ライン 8 3 を介して乾燥室 6 6 に連通される。したがって、ファン 8 4 を駆動することによって乾燥室 6 6 内のエアが吸気ライン 8 3 に吸い込まれ、送気ライン 8 2 を介してドラム 6 8、6 8 の給気口 6 8 A、6 8 A に送気される。

【0035】

送気ライン 8 2 に配設されたヒータユニット 8 8 は、送気ライン 8 2 内のエアを所望の温度に加熱する装置である。このヒータユニット 8 8 によって、送気ライン 8 2 を流れるエアが、濡れ剤の乾燥に適した温度に調節される。

【0036】

一方、フィルタユニット 8 6 は、その内部に H E P A フィルタ（High Efficiency Particulate Air）が設けられている。H E P A フィルタは、 $0.3\mu\text{m}$ の微粒子を 99.97% 捕集除去できる集塵力を有しており、この H E P A フィルタにエアを通過させることによって、送気ライン 8 2 内からカビ菌を捕集除去することができる。したがって、除菌したエアをドラム 6 8 に供給することができる。

【0037】

上記の如く構成された濡れ剤乾燥工程によれば、除菌したエアがドラム 6 8 に供給され、このエアがドラム 6 8 の貫通孔 6 8 B から噴射されて濡れ剤の塗布面に吹きつけられるので、未乾燥の濡れ剤にカビ菌が付着することを防止できる。したがって、濡れ剤の塗布部分からカビ菌が発生することを防止できる。

【0038】

なお、上記の H E P A フィルタにヒノキチオール等の抗菌成分を含有させると、除菌性をさらに向上させることができる。

【 0 0 3 9 】

また、上述した実施形態において、ドラム 6 8 に供給するエアだけでなく、濡れ剤乾燥室 6 6 の内部に給気するエアも H E P A フィルタで除菌するとよい。これにより、除菌した雰囲気中で濡れ剤乾燥工程が行われるので、未乾燥の濡れ剤にカビ菌が付着することをさらに確実に防止することができる。よって、濡れ剤の塗布部分からカビ菌が発生することをさらに確実に防止することができる。

【 0 0 4 0 】

また、上述した実施形態において、濡れ剤の塗布後の工程を全て除菌雰囲気中で行うとよい。すなわち、濡れ剤塗布室 5 6、濡れ剤乾燥室 6 6、調整室 7 0、巻取室 7 4 に給気するエアを H E P A で除菌するとよい。これにより、濡れ剤の塗布部分からカビ菌が発生することをさらに確実に防止することができる。 10

【 0 0 4 1 】

なお、上述した実施形態で示した濡れ剤乾燥工程に加えて、図 4 ~ 図 7 に示す濡れ剤調整工程及び濡れ剤塗布工程を組み合わせると、濡れ剤の塗布部分からカビ菌が発生することをさらに確実に防止することができる。

【 0 0 4 2 】

図 4 は、濡れ剤調製工程及び濡れ剤塗布工程の一例を模式的に示したものである。以下、濡れ剤として、ポリビニルピロリドンとイオン交換水とを混合して調製する例を示す。

【 0 0 4 3 】

図 4 に示すように、調製タンク 5 8 は、配管 7 5 を介してイオン交換水のタンク 7 6 に接続されており、このタンク 7 6 内のイオン交換水が不図示の送液手段によって送液され、配管 7 5 を介して調製タンク 5 8 に供給される。また、調製タンク 5 8 は、配管 7 7 を介してポリビニルピロリドンのタンク 7 8 に接続されており、このタンク 7 8 内のポリビニルピロリドンが不図示の送液手段によって送液され、配管 7 7 を介して調製タンク 5 8 に供給される。 20

【 0 0 4 4 】

イオン交換水のタンク 7 6 と調製タンク 5 8 との間の配管 7 5 には、濾過装置 8 0 が設けられている。濾過装置 8 0 の内部には、孔径 $0.1 \sim 0.7 \mu\text{m}$ のフィルタ（不図示）が設けられており、配管 7 5 を流れるイオン交換水はフィルタを通過することによって濾過される。これにより、イオン交換水の内部から、サイズ $0.8 \mu\text{m}$ 以上であるカビ菌が確実に除去され、調製タンク 5 8 に供給される。 30

【 0 0 4 5 】

調製タンク 5 8 には、濾過されたイオン交換水と、タンク 7 8 内のポリビニルピロリドンが計量されて送液される。これにより、濡れ剤として、所定濃度（たとえば 5 %）のポリビニルピロリドン溶液が調製される。調製された濡れ剤は、チューブ 6 0 を介してハケ部材 6 2 に送液され、ハケ部材 6 2 によって微孔性膜 4 4 の幅方向の両端部に塗布される。

【 0 0 4 6 】

このように調製前のイオン交換水を濾過処理すると、イオン交換水は、その内部に存在するカビ菌が濾過処理によって捕集除去されるので、調製後の濡れ剤からはカビ菌を発生しない。したがって、この調整後の濡れ剤を微孔性膜 4 4 に塗布し、さらに上述した濡れ剤乾燥工程で濡れ剤を乾燥させることによって、濡れ剤の塗布部分からカビ菌が発生することをより確実に防止することができる。 40

【 0 0 4 7 】

図 5 は、濡れ剤調製工程及び塗布工程の別の実施形態を模式的に示している。同図に示す濾過装置 8 0 は、チューブ 6 0 に配設されている。この濾過装置 8 0 の内部には、孔径 $0.1 \sim 0.7 \mu\text{m}$ のフィルタが設けられており、このフィルタによって調製後の濡れ剤が濾過処理される。したがって、調製後の濡れ剤に含まれるカビ菌を濾過装置 8 0 によって捕集除去することができ、カビ菌のない濡れ剤を微孔性膜 4 4 に塗布することができる。よって、上述した濡れ剤乾燥工程と組み合わせることによって、微孔性膜 4 4 の濡れ剤 50

の塗布部分からカビ菌が発生することをより確実に防止することができる。

【0048】

なお、図4、図5に示した工程では濾過処理回数を一回としたが濾過処理の回数はこれに限定するものではなく、複数回行うようにしてもよい。また、図4に示したイオン交換水の濾過処理と、図5に示した濡れ剤の濾過処理とを両方行うようにしてもよい。

【0049】

図6は、濡れ剤調製工程及び塗布工程の別の実施形態を模式的に示している。同図に示すタンク76には、ジャケット79が装着されており、このジャケット79の内部に所望の温度に加熱制御した熱媒体（蒸気や温水など）が必要に応じて供給されるようになっている。これにより、タンク76内のイオン交換水を加熱して殺菌することができる。したがって、カビ菌のないイオン交換水を用いて濡れ剤の調製を行うので、カビ菌のない濡れ剤を微孔性膜44に塗布することができ、上述した濡れ剤乾燥工程と組み合わせることによって、微孔性膜44の濡れ剤の塗布部分からカビ菌が発生することをより確実に防止することができる。

10

【0050】

なお、図6の実施形態は、タンク76内のイオン交換水を加熱して殺菌するようにしたが、調製前のイオン交換水を加熱して殺菌するのであればよく、たとえば配管75にジャケットを装着することによって配管75内のイオン交換水を加熱して殺菌するようにしてもよい。また、イオン交換水の加熱殺菌手段として、ジャケット79以外、たとえばヒーターや熱交換器などを用いてもよい。

20

【0051】

図7は、濡れ剤調製工程及び塗布工程の別の実施形態を模式的に示している。同図に示すタンク58には、ジャケット59が装着されており、このジャケット59の内部に所望の温度に加熱制御した熱媒体（蒸気や温水など）が必要に応じて供給されるようになっている。これにより、タンク58内の調製後の濡れ剤を加熱して殺菌することができる。したがって、カビ菌のない濡れ剤を微孔性膜44に塗布することができ、上述したカビ菌の付着のない濡れ剤乾燥工程と組み合わせることによって、微孔性膜44の濡れ剤の塗布部分からカビ菌が発生することをより確実に防止することができる。

【0052】

なお、図7の実施形態は、調製タンク58内の濡れ剤を加熱して殺菌するようにしたが、調製後の濡れ剤を加熱して殺菌するのであればよく、たとえば、チューブ60にジャケットを装着することによってチューブ60内の濡れ剤を加熱して殺菌するようにしてもよい。また、濡れ剤の加熱殺菌手段として、ジャケット59以外、たとえばヒーターや熱交換器などを用いてもよい。

30

【0053】

また、イオン交換水の加熱殺菌手段と、濡れ剤の加熱殺菌手段の両方を設けてもよい。さらに、イオン交換水の加熱殺菌手段や濡れ剤の加熱殺菌手段に、上述したイオン交換水の濾過装置や濡れ剤の濾過装置を組み合わせる用いてもよい。いずれの組み合わせの場合にも、カビ菌のない濡れ剤を微孔性膜44に塗布することができるので、上述したカビ菌の付着のない濡れ剤乾燥工程と組み合わせることによって、微孔性膜44の濡れ剤の塗布部分からカビ菌が発生することをより確実に防止することができる。

40

【0054】

なお、上述した実施形態において、濡れ剤が接触する部分とその原料が接触する部分（すなわち、調製タンク58、タンク76、78、配管75、77、濾過装置80、チューブ60及びハケ部材62）を、使用前に殺菌処理することが好ましい。殺菌処理方法は特に限定するものではないが、たとえば、エタノール溶液（エタノール70%以上が好ましい）によって殺菌処理することが好ましい。また、沸騰水によって加熱殺菌するようにしてもよい。

【0055】

以下に、本発明で用いられる微孔性膜形成用のドーブについて説明する。ドーブには、

50

膜形成用ポリマーが含まれており、このポリマーを、良溶媒、または良溶媒と非溶媒の混合溶媒、若しくはポリマーに対する溶解性の異なる複数種の溶媒の混合液に溶解することによって作製される。

【0056】

ポリマーの種類は特に限定するものではなく、微孔性膜の用途等に合わせて選択される。たとえば、ポリマーとして、セルロースアセテート、ニトロセルロース、ポリスルホン、スルホン化ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリアクリロニトリル、スチレン-アクリロニトリルコポリマー、スチレン-ブタジエンコポリマー、エチレン-酢酸ビニルコポリマーのケン化物、ポリビニルアルコール、ポリカーボネート、オルガノシロキサン-ポリカーボネートコポリマー、ポリエステルカーボネート、オルガノポリシロキサン、ポリフェニレンオキシド、ポリアミド、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリベンズイミダゾール等をあげることができる。

10

【0057】

また、溶媒は、ポリマーの種類等によって異なるが、凝固液に速やかに置換されるものが好ましい。多くの場合、凝固液として、水及び/又は水に相溶する有機溶媒が使用されるので、凝固液と相溶性のある極性溶媒を使用することが好ましい。たとえば、膜形成用ポリマーがポリスルホンの場合、ジオキサン、テトラヒドロフラン、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、N-メチル-2-ピロリドン、或いはこれらの混合溶媒が用いられる。また、ポリマーがポリアクリロニトリルの場合には、ジオキサン、N-メチル-2-ピロリドン、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド等が好ましく、ポリマーがポリアミドの場合には、ジメチルホルムアミドやジメチルアセトアミド等が好ましく、ポリマーがセルロースアセテートの場合には、アセトン、ジオキサン、テトラヒドロフラン、N-メチル-2-ピロリドン等が好ましい。

20

【0058】

非溶媒を混合する場合の非溶媒としては、水、セルソルブ類、メタノール、エタノール、プロパノール、アセトン、テトラヒドロフラン、ポリエチレングリコール、グリセリン等があげられる。非溶媒の良溶媒に対する割合は、混合液が均一状態を保てる範囲ならば如何なる範囲でもよいが、5～50重量%が好ましい。

【0059】

ポリマー溶液には、多孔質構造を制御するものとして、膨潤剤と称される無機電解質、有機電解質、または、高分子、あるいは、その電解質ポリマーを加えることが好ましい。膨潤剤としては、食塩、塩化リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硫酸ナトリウム、塩化亜鉛等の無機酸の金属塩、酢酸ナトリウム、ギ酸ナトリウム等の有機酸の金属塩、ポリエチレングリコール、ポリビニルピロリドン等の高分子、ポリスチレンスルホン酸ナトリウム、ポリビニルベンジルトリメチルアンモニウムクロライド等の高分子電解質、ジオクチルスルホンコハク酸ナトリウム、アルキルメチルタウリン酸ナトリウム等のイオン系界面活性剤等が用いられる。これらの膨潤剤は、単独で溶液にくわえてもよいが、水溶液として添加することによって顕著な効果を示す。また、膨潤剤の添加量は、その添加によって溶液の均一性が損なわれない範囲であれば特に限定はないが、通常、溶媒に対して0.5容量%～10容量%である。さらに、膨潤剤の濃度についても特に制限はなく、濃度の大きい方が大きな効果が得られ、通常は1重量%～60重量%が好ましい。

30

40

【0060】

ポリマー溶液の濃度は、5～35重量%が好ましく、10～30重量%がより好ましい。これは、35重量%を超えると、得られる微孔性膜の透水性が実用的な意味を持たないほど小さくなり、反対に5重量%未満になると十分な分離能を持った微孔性膜が得られないためである。

【実施例】

【0061】

実施例1：精密ろ過膜の製造ポリスルホン(アモコ社製 P-3500)15部、N-メチル-2-ピロリドン70部、ポリビニルピロリドン15部、塩化リチウム2部、水1

50

．3部を均一に溶解して製膜原液を作成した。これを用いて、製品厚さが180 μ mになるように流延し、温度25 $^{\circ}$ C、相対湿度50%、風速1.0m/秒の空気を8秒間流延した液膜表面に当て、直ちに25 $^{\circ}$ Cの水を満たした凝固浴中へ浸漬し微孔性膜を得た。そして、微孔性膜の幅方向両端部の各10mm幅に濡れ剤を塗布した。濡れ剤は、濡れ剤調製のイオン交換水を60 $^{\circ}$ Cで5分加熱後、ポリビニルピロリドン添加し、ビニルピロリドン3.5%溶液を調製した。また、濡れ剤の塗布はビニルチューブの先端に細長いフェルトを挿入し、フェルトの先端部をチューブから約1cmを出して微孔性膜に軽く接触させ、無脈動ポンプでフェルトに毎分2.5mlの流量で濡れ剤を送った。濡れ剤の塗布後、微孔性膜を無接触搬送ローラで搬送し、HEPAフィルタを通過した温風によって乾燥させた。そして、塗布位置のほぼ中央位置で膜の両端部を裁断し、膜幅240mmで巻き取った。

【0062】

実施例2：濡れ剤の塗布後、SUS製フラットローラで塗布膜を搬送し、HEPAフィルタを通過した温風によって乾燥させた以外は、実施例1と同条件で実施した。

【0063】

比較例1：HEPAフィルタを使用しない以外は実施例1と同条件で実施した。

【0064】

比較例2：HEPAフィルタを使用せず、かつ塗布後、SUS製フラットローラで塗布膜を搬送した以外は実施例1と同条件で実施した。

【0065】

上記の条件で製膜された微孔性膜の評価を行った。評価は、1)膜の欠点数：10cm $\times$ 10cm面積を20倍ルーペで10視野観察し、欠点数をカウントした。また、2)塗布部の腐敗性：膜端部濡れ剤を塗布した膜を25 $^{\circ}$ C、70%RHで14日放置後、巾10mm長さ50cmの範囲でカビ発生数をカウントした。その結果を表1に示す。

【0066】

【表1】

	HEPA フィルタ	無接触 搬送	欠点数	膜端部のカビ発生	評価
実施例1	使用	あり	0（発生無し）	0（発生無し）	○
実施例2	使用	なし	0（発生無し）	0（発生無し）	○
比較例1	使用せず	あり	5	2	×
比較例2	使用せず	なし	10以上	5	×

【0067】

表1から分かるように、乾燥用の温風をHEPAフィルタに通過させなかった比較例1、2は、微孔性膜に欠点が発生し、且つ、微孔性膜の端部にカビ菌が発生した。特に無接触搬送を行わずにフラットローラで搬送した比較例2では、微孔性膜の欠点数、カビ菌の発生数ともに多くなった。これに対して、乾燥用の温風をHEPAフィルタに通過させた実施例1、2は、微孔性膜の欠点、カビ菌とも発生を防止することができた。

【図面の簡単な説明】

【0068】

【図1】本発明に係る微孔性膜の製造装置を示す構成図

【図2】濡れ剤乾燥工程を示す構成図

【図3】図2のドラムを示す斜視図

【図4】濡れ剤調製工程及び塗布工程の一例を示す構成図

【図5】濡れ剤調製工程及び塗布工程の別の例を示す構成図

【図6】濡れ剤調製工程及び塗布工程の別の例を示す構成図

【図7】濡れ剤調製工程及び塗布工程の別の例を示す構成図

【符号の説明】

10

20

30

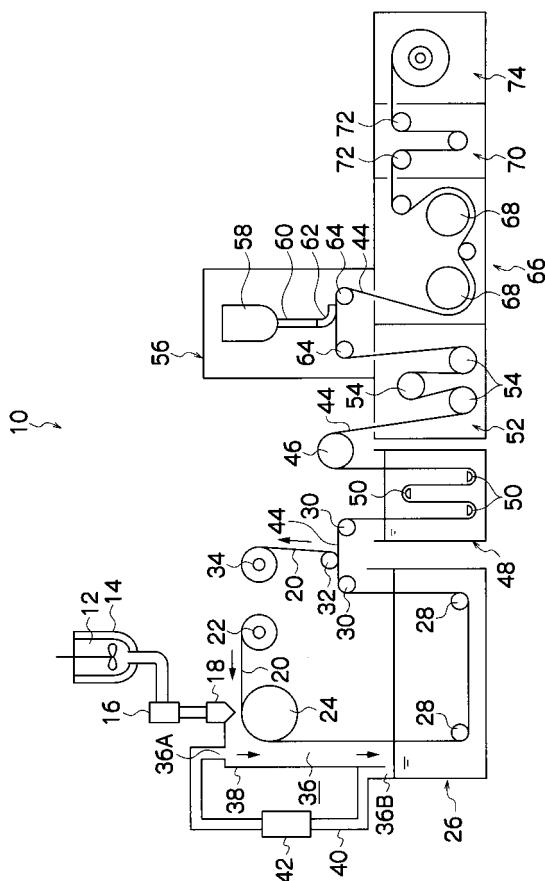
40

50

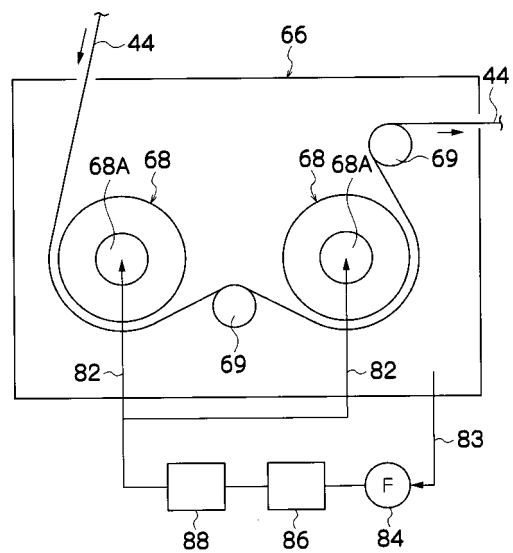
【 0 0 6 9 】

10 ... 微孔性膜の製造装置、12 ... 溶解タンク、18 ... ダイ、20 ... 帯状支持体、22 ... ドラム、26 ... 凝固槽、36 ... 調湿ゾーン、44 ... 微孔性膜、48 ... 水洗槽、50 ... ターンバー、52 ... 乾燥室、56 ... 濡れ剤の塗布室、58 ... 調製タンク、66 ... 濡れ剤の乾燥室、68 ... ドラム、80 ... 濾過装置、86 ... フィルタユニット

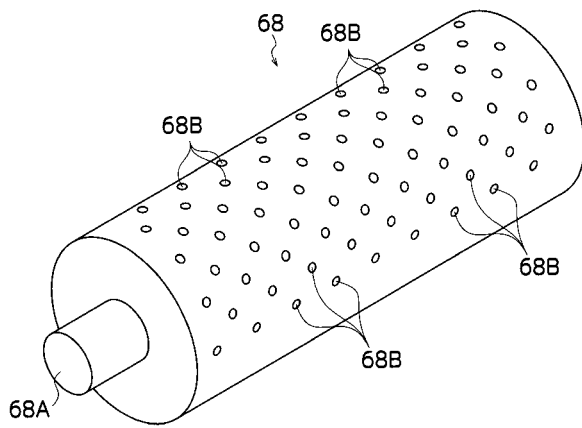
【 図 1 】



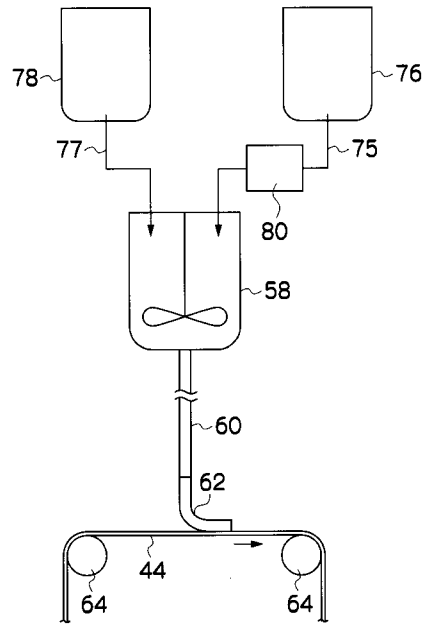
【 図 2 】



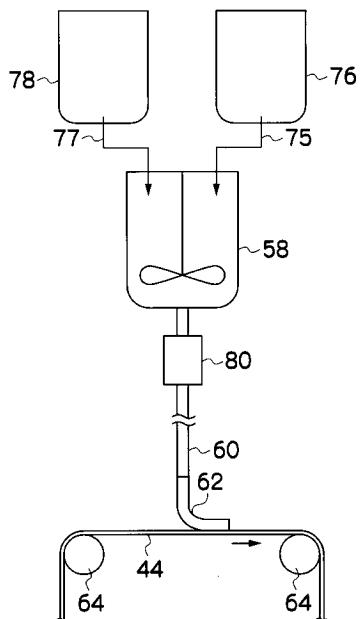
【 図 3 】



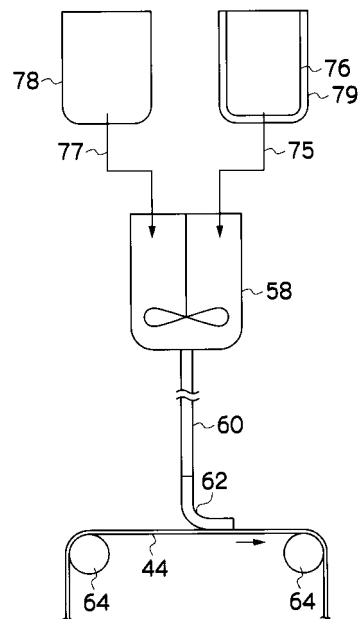
【 図 4 】



【 図 5 】



【 図 6 】



【 図 7 】

