

【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30年12月13日 (2018.12.13)

【公表番号】特表2017-538579(P2017-538579A)

【公表日】平成29年12月28日 (2017.12.28)

【年通号数】公開・登録公報2017-050

【出願番号】特願2017-542313(P2017-542313)

【国際特許分類】

B 0 1 D 71/34 (2006.01)

B 0 1 D 69/06 (2006.01)

B 0 1 D 69/00 (2006.01)

B 0 1 D 61/36 (2006.01)

B 0 1 D 63/08 (2006.01)

C 0 8 J 9/26 (2006.01)

【 F I 】

B 0 1 D 71/34

B 0 1 D 69/06

B 0 1 D 69/00

B 0 1 D 61/36

B 0 1 D 63/08

C 0 8 J 9/26 1 0 2

C 0 8 J 9/26 C E W

【手続補正書】

【提出日】平成30年11月2日 (2018.11.2)

【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】

フッ化ビニリデンポリマーから製造される平膜の形態にある疎水性膜であって、前記膜は、壁厚を有する壁、第 1 の表面及び第 2 の表面を有し、

前記膜は、前記第 1 の表面上に、開放細孔を有する網目構造を有し、前記第 2 の表面上に、細孔が形成された連続的スキンを有し、

前記第 2 の表面の前記スキンに隣接する前記膜が、前記壁厚を横切って実質的に等方性である、開放気孔性の、微多孔質の、かつスポンジ状の細孔構造を有する支持層を有し、前記支持層は、前記壁厚の少なくとも 80 % に亘って延在しており、平均直径が 1 μ m 未満である細孔を含む膜において、

前記膜を形成する前記フッ化ビニリデンポリマーは、重量平均分子量 MW が 300000 ~ 500000 ダルトンの範囲にあり、重量平均分子量 MW と数平均分子量 MN との比によって与えられる多分散度 MW / MN は、5.5 より大きく、

前記第 2 の表面の前記スキン中の細孔は、前記スキンの平面中で閉じた周囲長を有し、その最長の軸の方向における伸長の、その最短の軸の方向における伸長に対する平均比が、多くとも 5 であり、かつ前記第 1 の表面及び前記第 2 の表面中の細孔は、表面に対して垂直に見たときに、それらの向きの本質的に等方性の分布を有し、

前記膜の多孔度は、50 ~ 90 体積 % の範囲にあり、壁厚は、50 ~ 300 μ m の範囲にあり、

前記膜は、最大分離孔径 d_{max} が、バブルポイント法に従って測定して、 $0.05 \sim 1.5 \mu m$ の範囲にあることを特徴とする、膜。

【請求項 2】

イソプロピルアルコールの膜貫通流量が、 25 で測定して、 $3 \sim 15 ml / cm^2 \cdot \text{分} \cdot \text{パール}$ の範囲にあることを特徴とする、請求項 1 に記載の膜。

【請求項 3】

水蒸気の膜貫通流量が、平膜モジュールにより、膜面積 $40 cm^2$ 、塩水循環路温度 80 、及び蒸留物循環路温度 30 、前記循環路における体積流量 $200 l / h$ 、入口から平膜モジュールまでの前記循環路における圧力レベル 500 ミリパール、及び前記塩循環路における塩濃度 $36 g / l$ で測定して、少なくとも $35 l / (m^2 \cdot h)$ であることを特徴とする、請求項 1 又は 2 に記載の膜。

【請求項 4】

最大分離孔径 d_{max} が、 $0.1 \sim 1.0 \mu m$ の範囲にあることを特徴とする、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の膜。

【請求項 5】

請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の膜を、フッ化ビニリデンのホモポリマー又はコポリマーから製造する方法であって、少なくとも

a) $80 \sim 70$ 重量%の溶媒系中、少なくとも 1 種のフッ化ビニリデンポリマーから製造される $20 \sim 30$ 重量%のポリマー成分の均質なキャスト溶液を用意するステップであって、前記ポリマー成分及び溶媒系の前記キャスト溶液が、冷却時に、脱混合臨界温度及び固化温度、並びに凝集の液体状態における前記脱混合臨界温度未満の混和度ギャップを有し、かつ、前記溶媒系が、液体であって溶解温度にて互いに均質に混合され得る化合物 A 及び化合物 B を含有し、かつ、ポリマー成分のための溶媒が化合物 A として選択され、化合物 B がポリマー成分のための非溶媒であるステップと、

b) キャスト溶液を、脱混合臨界温度より高いツール温度を有する成形ツール中で、第 1 の表面及び第 2 の表面を有するフィルムへと形成するステップと、

c) 前記フィルムの第 1 の側を調節可能な担体上に配置し、これを固化温度未満の冷却温度へと調節し、その結果、ポリマーに富む相とポリマーに乏しい相とへの熱力学的非平衡液 - 液相分離が起きるような速度にて、前記調節可能な担体を介して前記フィルムが冷却され、続いて固化温度未満になると前記ポリマーに富む相の固化が起きて膜構造を形成するステップと、同時に、

d) 前記フィルムの前記第 2 の表面を気体雰囲気と接触させるステップと、

e) 形成された膜構造を有するフィルムを担体から引っ張るステップと、

f) 前記溶媒系の少なくとも一部を前記フィルムから除去して平膜を得るステップとを含む方法において、

前記ポリマー成分が、重量平均分子量 MW が $300000 \sim 500000$ ダルトンの範囲にあり、重量平均分子量 MW と数平均分子量 MN との比により与えられる多分散度 MW / MN が 5.5 より大きいことを特徴とする、方法。

【請求項 6】

グリセリルトリアセテート、グリセリルジアセテート、2 - (2 - ブトキシエトキシ -) エチルアセテート、フタル酸ジブチル、アジピン酸ジエチルエステル、アジピン酸ジブチルエーテル、ブチルジグリコールアセテート、ブチルグリコールアセテート、グリコールジアセテート、炭酸プロピレン、ブチロラクトン若しくは γ - カプロラクタム、又は挙げられた化合物の混合物が、化合物 A として使用されることを特徴とする、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

アジピン酸ジオクチル、グリセリルモノアセテート、グリセロール、グリコール、ジグリコール若しくはヒマシ油、又はこれらの混合物が、化合物 B として使用されることを特徴とする、請求項 5 又は 6 に記載の方法。

【請求項 8】

前記気体雰囲気、20～25の範囲の温度を有することを特徴とする、請求項5～7のいずれか一項に記載の方法。