

「グリーン・サステイナブルケミカルプロセス基盤技術開発／  
資源生産性を向上できる革新的プロセス及び化学品の開発／  
規則性ナノ多孔体精密分離膜部材基盤技術の開発」(事後評価)  
(2009年度～2013年度 5年間)

5. プロジェクトの概要説明資料（公開）

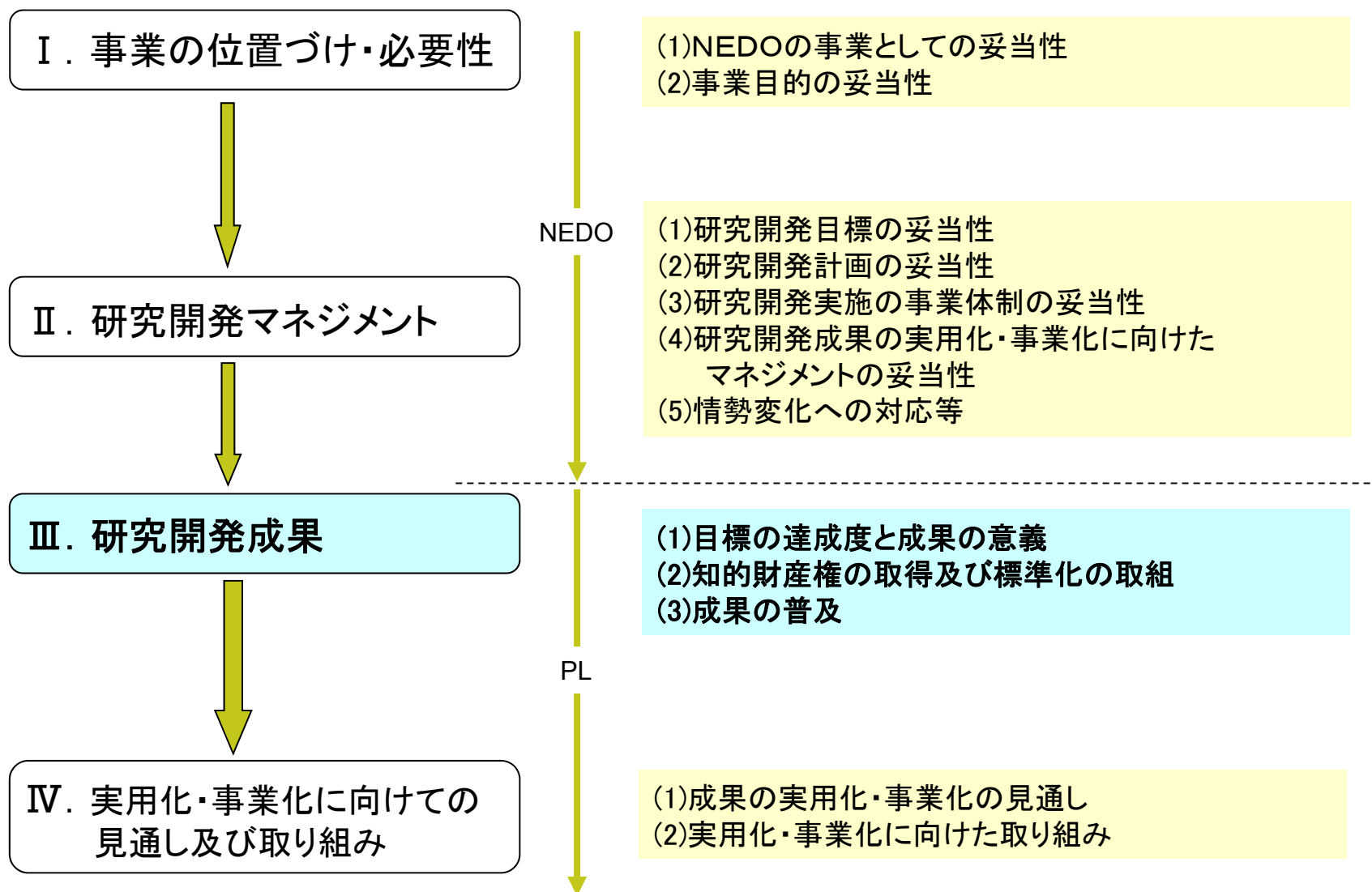
5.2「研究開発成果」及び「実用化・事業化に向けての見通し及び取り組み」

早稲田大学

日立造船株式会社、三菱化学株式会社、株式会社ノリタケカンパニーリミテド、  
JX日鉱日石エネルギー株式会社、一般財団法人ファインセラミックスセンター、  
千代田化工建設株式会社、宇都宮大学、大阪大学、山口大学、  
名古屋工業大学、芝浦工業大学

平成26年12月1日

## プロジェクトの概要説明・報告の流れ



## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目①

公開

## 研究開発項目①の成果と達成度

研究項目	最終目標 (平成25年度末)	研究開発成果	達成度
研究開発項目①: 分離膜製造基盤技術および分離膜評価技術の開発			
管型膜エレメントの開発 (早稲田大学)	<p><u>IPA脱水用:</u> 水透過度が <math>2 \times 10^{-7} \text{mol}/(\text{m}^2 \text{s Pa})</math>、 分離係数200以上の分離 膜を工業的に製造できる 技術を開発する。</p> <p><u>酢酸脱水用:</u> 水透過度が <math>2 \times 10^{-7} \text{mol}/(\text{m}^2 \text{s Pa})</math>、水 と酢酸の分離係数が200 以上であり、耐酸性を有 する分離膜を工業的に製 造できる技術を開発する。</p>	<p><u>IPA脱水用:</u> 水透過度：<math>7.63 \times 10^{-7}</math> <math>\text{mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})</math>、分離係数3000 (<math>100^\circ\text{C}</math>、水/IPA = 45/55 kPa)</p> <p><u>酢酸脱水用:</u> 水透過度：<math>1.50 \times 10^{-7}</math> <math>\text{mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})</math>、分離係数&gt; 20,000 (<math>125^\circ\text{C}</math>、酢酸/水=10 kPa/10 kPa)</p>	<p><u>IPA脱水用:</u> ○</p> <p><u>酢酸脱水用:</u> ○</p>

◎大幅達成、○達成、△一部未達、×未達

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目①

公開

## 研究開発項目①の成果と達成度

研究項目	最終目標 (平成25年度末)	研究開発成果	達成度
<b>研究開発項目①:分離膜製造基盤技術および分離膜評価技術の開発</b>			
管型膜エレメントの開発 (日立造船)	<p>実機サイズの膜エレメント製造技術を高度化し、一体型膜エレメント(1mレベル)を開発する。</p> <p>①IPA/水分離系 透過速度: <math>2 \times 10^{-7}</math> mol/(m<sup>2</sup>・s・Pa)、 分離係数: 200</p> <p>②酢酸/水分離系 透過速度: <math>2 \times 10^{-7}</math> mol/(m<sup>2</sup>・s・Pa) 分離係数: 200</p>	<p>①高含水IPA脱水用 FAU(Y)型およびMFI(ZSM-5)型で最終目標を達成。 膜分離条件 IPA/水=80/20、130°CVP-mode</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>●FAU(Y)型 長尺:1mレベル</li> <li>・水透過度: <math>2.5 \times 10^{-6}</math> mol/(m<sup>2</sup>・s・Pa)</li> <li>・分離係数: 4,000</li> <li>●MFI(ZSM-5)型 長尺:1mレベル</li> <li>・水透過度: <math>3.5 \sim 4.5 \times 10^{-7}</math> mol/(m<sup>2</sup>・s・Pa)</li> <li>・分離係数: 550~2400</li> </ul> <p>②酢酸脱水用 MOR型で最終目標を達成。 膜分離条件 酢酸/水=80/20、130°CVP-mode</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>●MOR型 長尺:1mレベル</li> <li>・水透過度: <math>3.7 \sim 4.8 \times 10^{-7}</math> mol/(m<sup>2</sup>・s・Pa)</li> <li>・分離係数: 634~976</li> </ul>	<p>IPA : ◎</p> <p>酢酸 : ◎</p>

◎大幅達成、○達成、△一部未達、×未達

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目①

公開

## 研究開発項目①の成果と達成度

研究項目	最終目標 (平成25年度末)	研究開発成果	達成度
<b>研究開発項目①:分離膜製造基盤技術および分離膜評価技術の開発</b>			
管型膜エレメントの開発 (三菱化学)	長さ1m以上の長尺膜の 工業的製造のための基 盤技術の開発	<p>IPA脱水用：高シリカチャバサイト型ゼオライト膜にて、水透過度<math>1.5-2.0 \times 10^{-6} \text{ mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})</math>、分離係数10000以上の工業的に利用可能な1m長の膜を再現性よく合成した。</p> <p>酢酸脱水用：高シリカチャバサイト型ゼオライト膜にて、水透過度<math>4.0 \times 10^{-6} \text{ mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})</math>、分離係数5,000の工業的に利用可能な1m長の膜を合成した。</p>	<p>IPA: ◎</p> <p>酢酸: ○</p>

◎大幅達成、○達成、△一部未達、×未達

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目①

公開

## 研究開発項目①の成果と達成度

研究項目	最終目標 (平成25年度末)	研究開発成果	達成度
研究開発項目①:分離膜製造基盤技術および分離膜評価技術の開発			
多チャンネル型膜部材の開発 (三菱化学)	新規支持体への製膜検討及び分離特性を支配する因子の解明	多チャンネル型基材の内壁への製膜の要素技術開発を行い、内径7mmの管状支持体内壁に水の透過度 $3.8 \times 10^{-6} \text{ mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})$ 、IPAの透過度 $3.6 \times 10^{-9} \text{ mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})$ 、分離係数1100の高シリカチャバサイト膜を製膜した。	○

◎大幅達成、○達成、△一部未達、×未達

## Ⅲ. 研究開発成果（1）目標の達成度と成果の意義 研究開発項目①

公開

## 研究開発項目①の成果と達成度

研究項目	最終目標 (平成25年度末)	研究開発成果	達成度
研究開発項目①:分離膜製造基盤技術および分離膜評価技術の開発			
分離膜評価技術の開発 (早稲田大学)	ゼオライト膜の粒界評価	ZSM-5膜を用いて、非破壊で吸着特性および膜の欠陥構造を評価する装置と手法を開発した。これにより膜形成過程を推察することが可能となった。	◎

◎大幅達成、○達成、△一部未達、×未達

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目①

公開

## 研究開発項目①の成果と達成度

研究項目	最終目標 (平成25年度末)	研究開発成果	達成度
<b>研究開発項目①:分離膜製造基盤技術および分離膜評価技術の開発</b>			
分離膜評価技術の開発 (ファインセラミックスセンター)	TEM法を用いて、サブナノオーダー分解能での微構造解析を可能とする	骨格構造を構成するSiまたはAlのサイトを直接観察する方法を確立した	◎
	試料形状によらず品質の高いTEM観察用薄片試料の作製手法を開発する。	TEM観察試料作製法としてイオン研磨法、FIB法を用いて円筒試料の高品質試料の作製条件を確立した。また、SEM観察によって、基材表面および基材内部に形成されたゼオライト層の観察を可能とする試料作製法を確立した。	◎
	上記手法を活用して、ゼオライト結晶粒界等に関わる知見を得る	結晶粒界における細孔チャンネルの連続性を定性的に推測する初等的手法を確立した。併せて、高分解能TEM観察法で得られた粒界の写真をもとに、粒界の原子構造を解析する方法を確立した。	○
	ナノメートルサイズの空間分解能でゼオライト膜の化学組成分析を可能にする	TEM-EDS法によって、ナノメートルサイズの空間分解能でSi-Alの空間分布をマッピングする条件を見出した。	○

◎大幅達成、○達成、△一部未達、×未達



## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目①

公開

## 研究開発項目①の成果と達成度

研究項目	最終目標 (平成25年度末)	研究開発成果	達成度
<b>研究開発項目①:分離膜製造基盤技術および分離膜評価技術の開発</b>			
分離膜評価技術の開発 (ファインセラミックスセンター)	ゼオライト膜内における結晶粒界の空間分布を観察する手法を開発する	電子線トモグラフィ法および電子線後方散乱回折法を用いて、結晶粒界の空間分布を観察する手法の開発を試みたが、現時点では手法の確立をするには至っていない。	△（最終目標に届かなかったが今後の研究により達成可能）
	TEM観察結果を基に原子オーダーでの微細構造解析を可能とする	ゼオライト双晶粒界を対照として手法達成を実証した。	○
	ガス分子の透過性のシミュレーションを実施する	計算手法を確立し、本プロジェクトの実施者と共同で透過機構の解明を行った。	○
	上記TEM観察法を用いてゼオライト分離膜およびモジュールの微細構造解析を行い、その結果を開発機関にフィードバックしてゼオライト分離膜の研究開発を支援する	本プロジェクト実施者から、13件の微細構造解析を実施し、開発を支援した。	◎

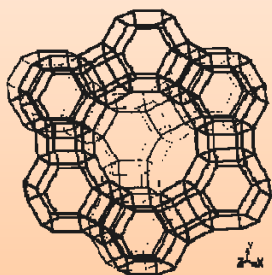
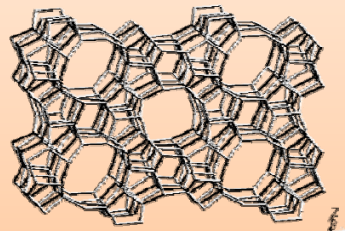
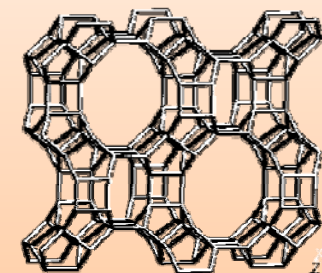
◎大幅達成、○達成、△一部未達、×未達

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目①

公開

## 研究対象としたゼオライト種と最終目標値

耐水性、耐酸性が期待できるゼオライトを中心に検討

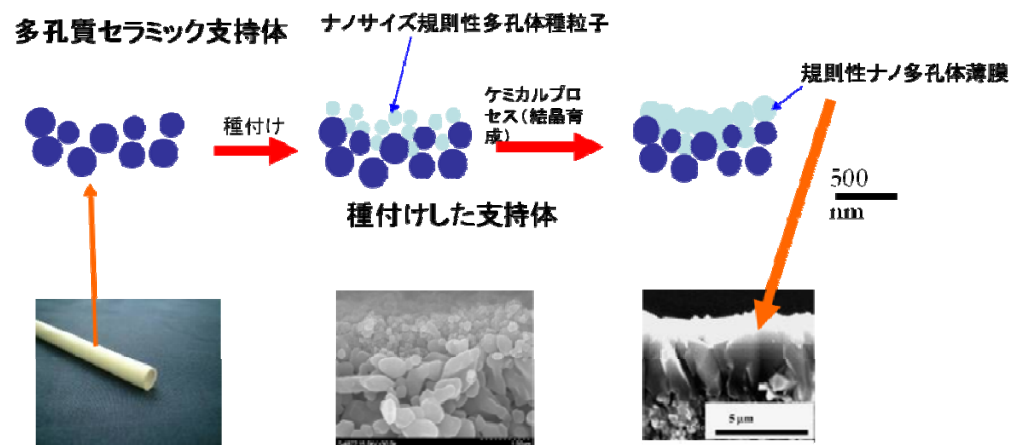
Y型  
0.74 nmZSM-5  
 $\left\{ \begin{array}{l} 0.56 \text{ nm} \times 0.53 \text{ nm} \\ 0.55 \text{ nm} \times 0.51 \text{ nm} \end{array} \right.$ モルデナイト  
 $\left\{ \begin{array}{l} 0.70 \text{ nm} \times 0.65 \text{ nm} \\ 0.57 \text{ nm} \times 0.26 \text{ nm} \end{array} \right.$ 

最終目標値:

IPA脱水用

水透過度  $2 \times 10^{-7} \text{ mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})$ 、  
分離係数200以上

酢酸脱水用

水透過度  $2 \times 10^{-7} \text{ mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})$ 、  
分離係数200以上

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目①

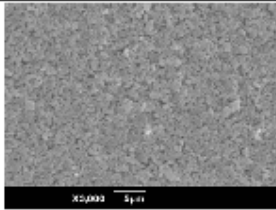
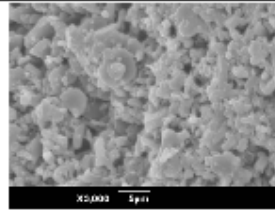
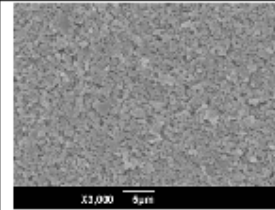
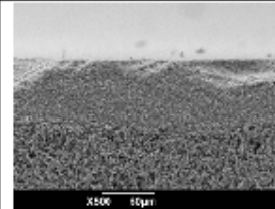
公開

## PJの効果的推進にあたっての工夫

## (膜の合成法開発研究では同一の支持体使用)

研究開発項目 ③-2-2-(1) 分離膜用セラミックス多孔質基材の開発 H22年度取組

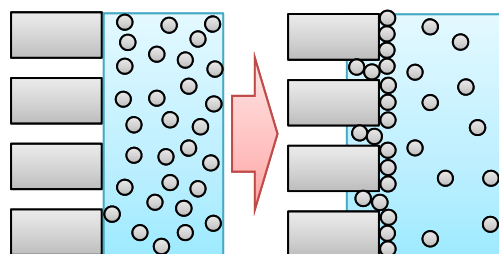
## 規則性脱水膜用基材スペック

サンプル	NS-1	NS-2	NA-1
外径[mm]	10	10	10
内径[mm]	7	7	7
平均細孔径[nm]	150	700	150(中間層),700(基材)
気孔率[%]	35-40	45-50	35-40(中間層) 45-50(基材)
圧壊強度[MPa]	31	18	18
窒素透過率[mol/m <sup>2</sup> Pa s]	$1 \times 10^{-6}$	$2 \times 10^{-5}$	$1 \times 10^{-5}$
表面 SEM 像			
断面 SEM 像	—	—	

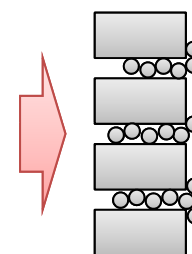
## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目①

公開

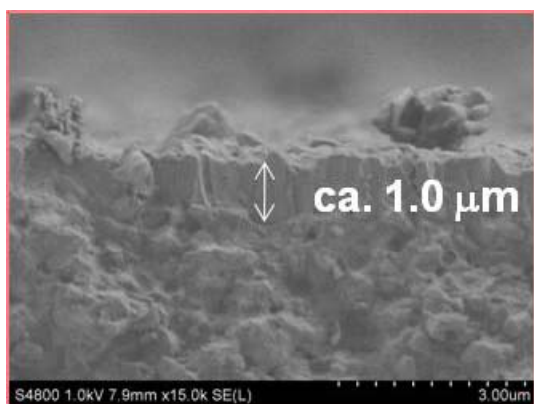
## IPA脱水用短尺膜の開発

支持体と粒子との静電的引力 **大**粒子同士の静電的反発力 **大**

・支持体と粒子の静電的引力  
および細孔への毛管凝縮により、  
支持体表面および細孔内に  
粒子が引き寄せられる



乾燥する過程で粒子は  
細孔内へ引き寄せられる液と共に  
細孔内に侵入



$$P = 7.63 \times 10^{-7}$$

$$\alpha = 3000$$

$$\text{Permeance } (P)$$

$$\text{mol m}^{-2} \text{ s}^{-1} \text{ Pa}^{-1}$$

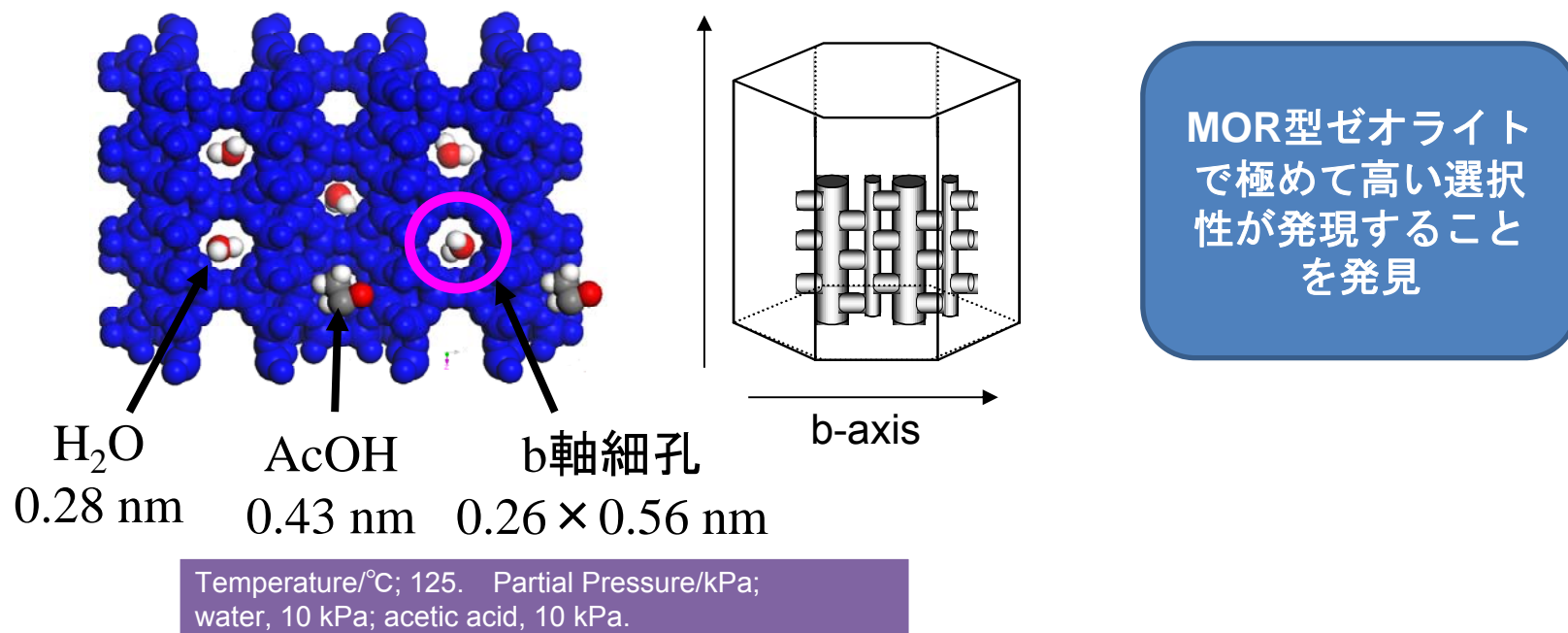
Membrane temperature; 373 K

Feed composition; H<sub>2</sub>O/IPA=20 /80%(wt) , (H<sub>2</sub>O/IPA=45/55 kPa)

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目①

公開

## 酢酸脱水用短尺膜の開発



MOR型ゼオライト  
で極めて高い選択  
性が発現するこ  
とを発見

Permeance  $\text{mol s}^{-1} \text{m}^{-2} \text{Pa}^{-1}$

	Water	Acetic acid	$\alpha$
Random	$9.4 \times 10^{-8}$	—	>400,000
	$7.6 \times 10^{-8}$	—	>400,000
C-axis	$1.9 \times 10^{-8}$	$3.2 \times 10^{-10}$	60

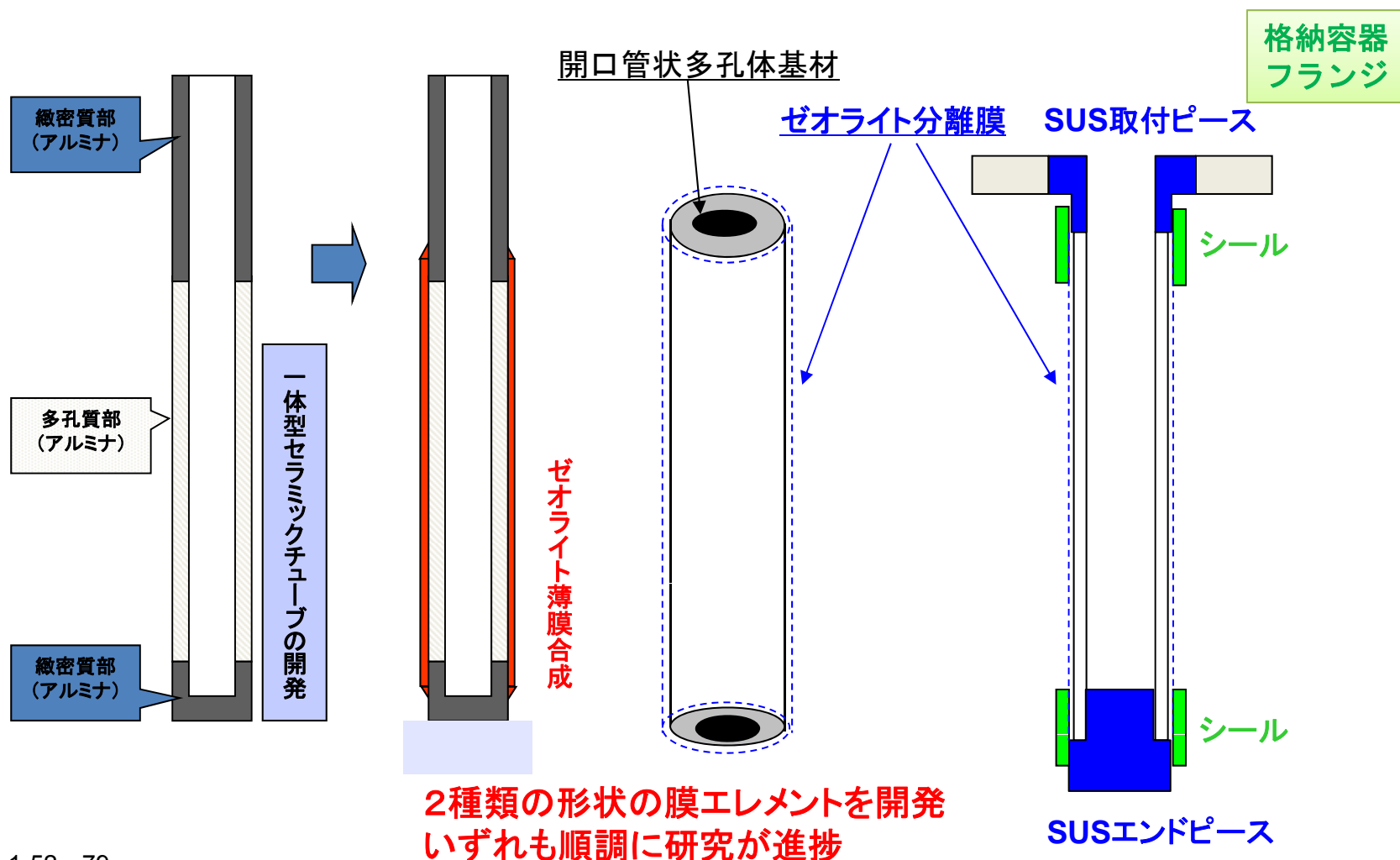
## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目①

公開

## 長尺膜の開発(日立造船、三菱化学)

## 一体型管状膜エレメント(日立造船)

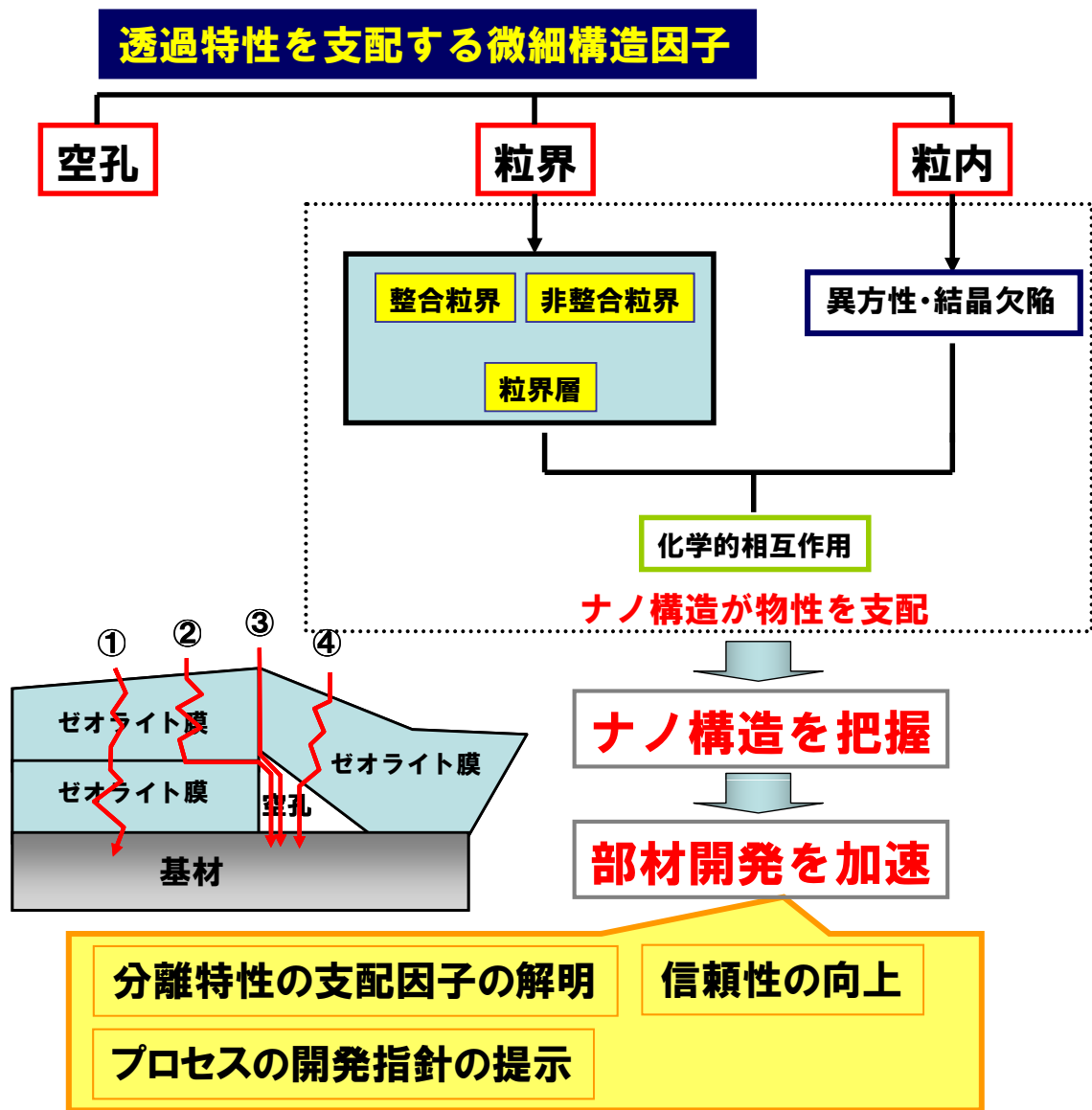
## 開口管状膜エレメント(三菱化学)



Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目①

公開

分離膜評価技術の開発(JFCC)



ゼオライト分離膜の分離特性

↓

「結晶構造、結晶組成、結晶粒界、結晶配向、結晶内欠陥」に関わるナノ構造が支配

↓

電子顕微鏡による微細構造解析がもっと有効

↓

特性を支配するナノ構造の解明により

↓

分離膜開発 革新的技術の創出&加速



Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目①

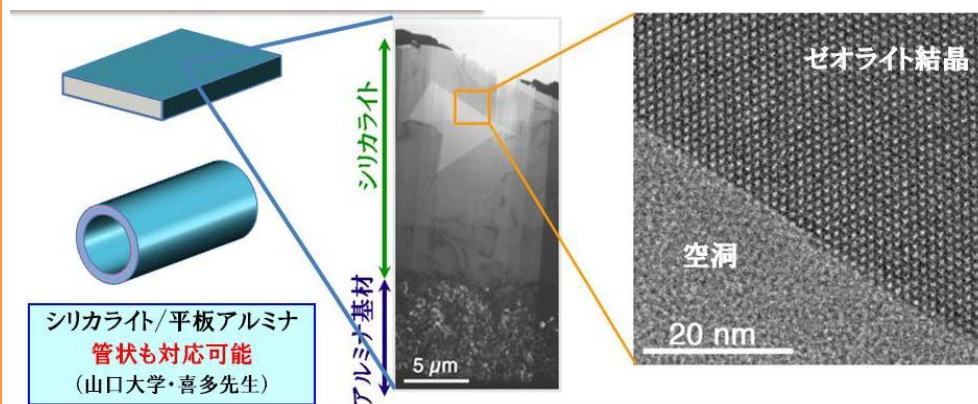
公開

## 分離膜評価技術の開発(JFCC)

### 多様な高品位のTEM試料作製法の開発を達成

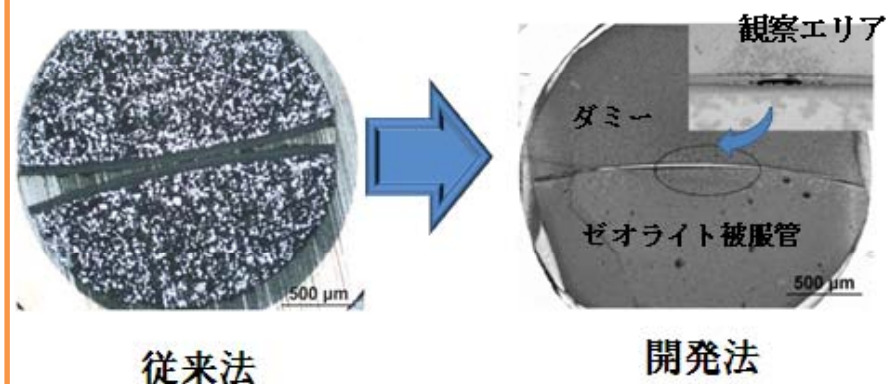
#### FIB法の応用

任意の形状、部位のTEM試料の作製を可能に



#### イオン研磨法の高度化

ダミーを用いて管状試料の高品位TEM試料の作製を可能に



様々な形状の試料のTEM観察が可能



## Ⅲ. 研究開発成果（1）目標の達成度と成果の意義 研究開発項目②

公開

## 研究開発項目②の成果と達成度

研究項目	最終目標 (平成25年度末)	研究開発成果	達成度
<b>研究開発項目②: 分離膜用セラミック多孔質基材の開発</b>			
セラミックス多孔質基材の開発 (リタケカンパニー)	イソプロピルアルコール及び酢酸の脱水分離膜として長期使用した際に、大幅な強度劣化が生じない多孔質材	<ul style="list-style-type: none"> <li>・製膜条件下で大幅な強度劣化が生じず、IPAおよび酢酸の脱水分離膜として長期(1000hr)使用した際に大幅な強度劣化の生じない基材を開発した。</li> <li>・製膜試験、評価結果を受けた基材特性の改良を実施し、基材作製技術を高度化した。</li> </ul>	◎
(名工大)	分離膜性能と基材特性の相関性解明	<ul style="list-style-type: none"> <li>・多孔基材の熱機械的特性および耐熱衝撃性を評価する技術を確立した。</li> <li>・多孔基材の製膜環境における耐化学特性評価技術を確立した。</li> <li>・イソプロピルアルコールおよび酢酸の脱水分離環境での長期安定性の評価手法を確立した。</li> </ul>	○

◎大幅達成、○達成、△一部未達、×未達

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目②

公開

## 研究開発項目②の成果と達成度

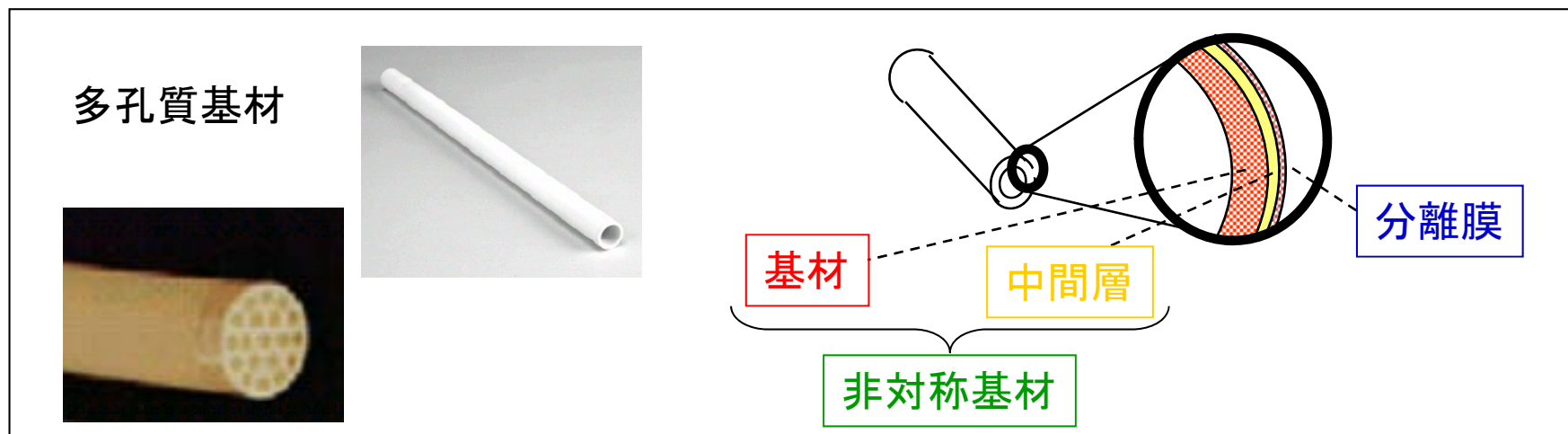
研究項目	最終目標 (平成25年度末)	研究開発成果	達成度
<b>研究開発項目②:分離膜用セラミック多孔質基材の開発</b>			
多チャンネル型セラミックス 多孔質基材の開発 (リタケカンパニー)	<ul style="list-style-type: none"> <li>種結晶が均一に付着しやすい内管表面構造を有する多チャンネル型基材の製造技術を開発する。</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>坏土の粘弾性評価による多チャンネル型基材作製方法を導入し、長さ1 m当たり0.2 m<sup>2</sup>および0.3m<sup>2</sup>の膜面積を有する基材を開発した。</li> <li>ゼオライト膜製膜に好適な内管表面を実現した。</li> </ul>	◎
(名工大)	<ul style="list-style-type: none"> <li>多チャンネル型基材長さ1 m（管状 外径30 mm）当たり0.3 m<sup>2</sup>の膜面積を実現する。</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>有限要素法を併用することにより、複雑形状を持つ多チャンネル基材の強度特性を評価する技術を確立した。</li> <li>繰り返し疲労試験による長期安定性の評価手法を確立した。</li> </ul>	○

◎大幅達成、○達成、△一部未達、×未達

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目②

公開

## 分離膜用セラミック多孔質基材の開発（ノリタケカンパニー、名工大）



## 多孔質基材役割

- ・ 膜の下地
- ・ 強度付与
- ・ 形状

## 要求特性

- ・ 高強度
- ・ 耐久性
- ・ 透過特性
- ・ 表面特性

分離膜性能を引き出すには基材特性重要

$$\text{分離性能} = \text{分離膜性能} \times \text{基材性能}$$

分離膜ごとに最適な基材性能

## 高性能分離膜開発

分離膜開発



多孔質基材開発

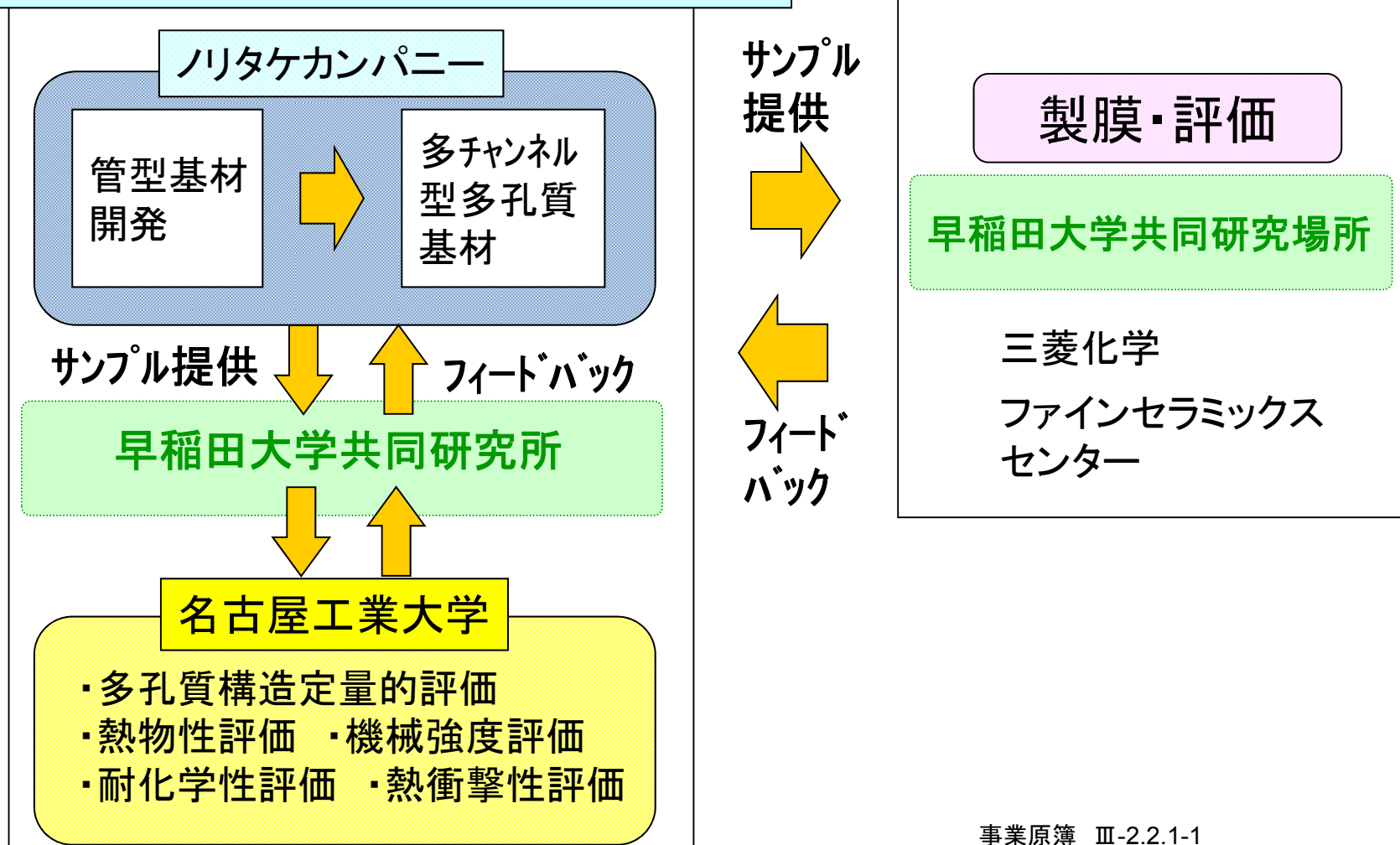
## Ⅲ. 研究開発成果（1）目標の達成度と成果の意義 研究開発項目②

公開

## 研究開発の実施体制

開発項目①：分離膜用セラミックス多孔質基材の開発

開発項目②：分離膜製造基盤技術及び分離膜評価技術の開発



Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目②

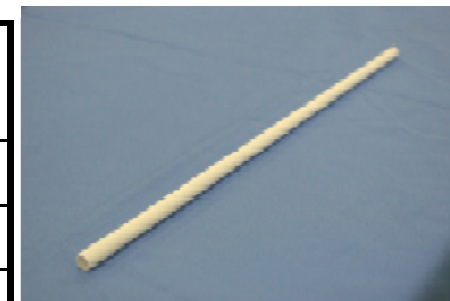
公開

分離膜用セラミック多孔質基材の開発(ノリタケカンパニー、名工大)

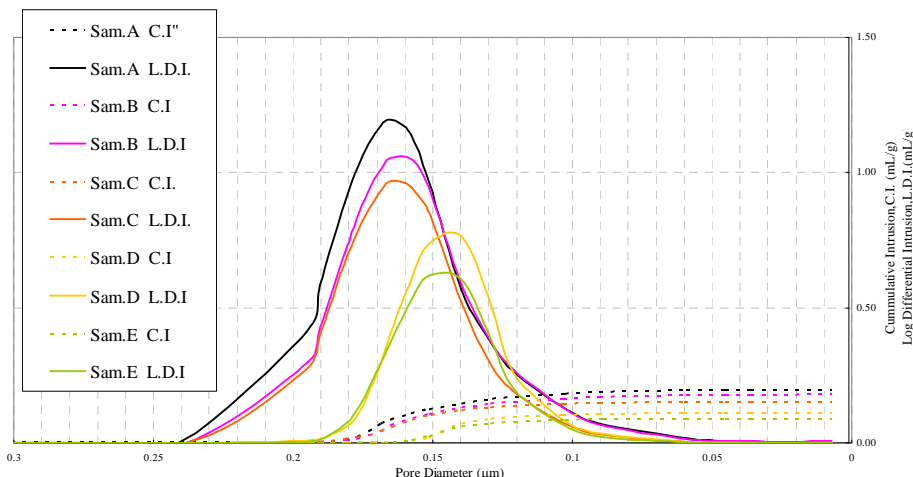
製膜基材用スペック

- ・細孔径、構造(対称・非対称)の異なる基材3種を作製
- ・非対称化により高精細&高透過率を実現

サンプル	NS-1 (対称・細孔小)	NS-2 (対称・細孔大)	NA-1 非対称(NS-1+NS-2)
細孔径[nm]	150	700	150(中間層)、700(基材)
気孔率[%]	35-40	45-50	35-40(中間層)、45-50(基材)
圧壊強度[MPa]	31	18	18
N <sub>2</sub> 透過率 [mol/(m <sup>2</sup> Pa s)]	1 × 10 <sup>-6</sup>	2 × 10 <sup>-5</sup>	1 × 10 <sup>-5</sup>

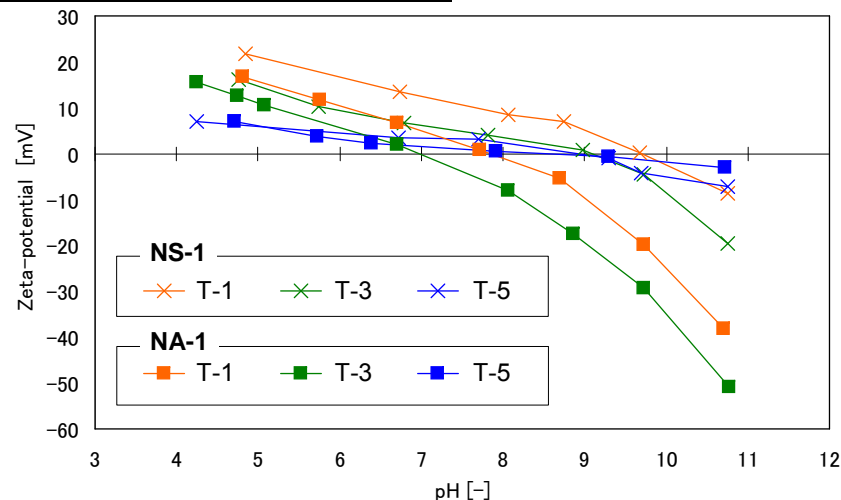


Φ10, L=800  
多孔質アルミナ基材



焼成温度による細孔構造制御

細孔径を大幅に変えず気孔率のみを制御



焼成温度を変更した基材NS-1, NA-1の  
細孔表面ゼータ電位測定結果

多孔質基材表面のゼータ電位測定⇒種結晶の付着性解明へ

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目③

公開

## 研究開発項目③の成果と達成度

研究項目	最終目標 (平成25年度末)	研究開発成果	達成度
<b>研究開発項目③:モジュール化技術の開発</b>			
管状基材を用いたモジュール化技術 (早稲田大学)	研究開発項目③-2-1で開発する分離膜特性(透過度、分離係数)の60%以上を有するモジュール製造のための基盤技術を確立する。	・シミュレーター完成 ・シミュレーターの基礎部分を構築	○
<b>研究開発項目③:モジュール化技術の開発</b>			
管状基材を用いたモジュール化技術 (日立造船)	マルチエレメント格納容器設計  シール技術確立	モジュール内の流体解析用モデルを構築し、モジュール効率60%以上のバッフル型モジュールを考案。 ・上記解析モデルと同じモジュールを試作し、実流体試験で解析精度に問題ないことを確認。 ・シール構造では、Cu以外の材質のメタルパッキンは難しいことが判明したが、耐性が高いグラファイト製のパッキンでシール性に問題ないことを確認。	◎

◎大幅達成、○達成、△一部未達、×未達

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目③

公開

## 研究開発項目③の成果と達成度

研究項目	最終目標 (平成25年度末)	研究開発成果	達成度
<b>③-2-3(1)</b>			
管状基材を用いたモジュール化技術 (三菱化学)	シール技術検討、開発 マルチエレメント格納容器設計	高シリカチャバサイト膜約30本をモジュール化し、蒸気透過試験を行った。その結果モジュールでの水透過度 ( $1.9 \times 10^{-6} \text{ mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})$ ) は、1本の膜で発揮する性能 ( $2.3 \times 10^{-6} \text{ mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})$ ) の60%以上であった。	○
<b>研究開発項目③:モジュール化技術の開発</b>			
多チャンネル型基材を用いたモジュール化技術 (三菱化学)	管状型分離膜と同等のシール性能を確認する。	直径31mm、長さ10cmの19孔多チャンネル基材を格納するモジュールとシール機構と材料を設計・検討し、モジュールを製作した。試験を実施し、シールが機能していることを確かめた。	○

◎大幅達成、○達成、△一部未達、×未達



## Ⅲ. 研究開発成果（1）目標の達成度と成果の意義 研究開発項目③

公開

## 研究開発項目③の成果と達成度

研究項目	最終目標 (平成25年度末)	研究開発成果	達成度
<b>研究開発項目③:モジュール化技術の開発</b>			
多チャンネル型基材を用いたモジュール化技術 (リタケカンパニー)	有機、無機材料などからのシール材料探索	・使用条件に耐えるシール材料を選定・評価し、管状型分離膜と同等のシール性能を確認した。	◎
	選択した端面シール材料の耐久性評価		
<b>研究開発項目③:モジュール化技術の開発</b>			
多チャンネル型基材を用いたモジュール化技術 (千代田化工)	CFDによる多管式の膜分離モジュールの格納容器内の流動解析	多チャンネル型基材に関して流動解析モデルを確立し、それを用いた多チャンネル型基材の要求性能の明確化、さらには格納容器の最適化検討を可能とした。 ・膜分離解析モデル・シミュレータ、膜モジュール・シミュレーターを確立し、膜エレメント設計の最適化や膜分離モジュール化技術の最適設計支援に利用可能とした	◎

◎大幅達成、○達成、△一部未達、×未達



## Ⅲ. 研究開発成果（1）目標の達成度と成果の意義 研究開発項目③

公開

## 研究開発項目③の成果と達成度

研究項目	最終目標 (平成25年度末)	研究開発成果	達成度
<b>研究開発項目③: モジュール化技術の開発</b>			
膜分離解析モデル・シミュレーター開発 (千代田化工)	<ul style="list-style-type: none"> <li>・膜モジュールの設計手法を開発し、設計ツールを開発する。</li> <li>・管状型膜モジュールシミュレーター及び多チャンネル型膜モジュールシミュレーターを開発する。</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・分離膜開発およびそのモジュール化を支援するためのツールとして、分離膜の分離特性（透過度、分離係数）を定量的に表現するための数学モデルを構築し、膜分離解析モデル・シミュレーターを開発した。</li> </ul>	◎

◎大幅達成、○達成、△一部未達、×未達

## Ⅲ. 研究開発成果（1）目標の達成度と成果の意義 研究開発項目③

公開

**モジュール化技術の開発****(1) 管状基材を用いたモジュール化技術**

膜分離解析シミュレーターの開発（早稲田大）

モジュール構造設計、シール技術（日立造船、三菱化学）

**(2) 多チャンネル型基材を用いたモジュール化技術**

製膜技術（三菱化学）

膜透過シミュレーション（千代田化工）

シール材料開発（ノリタケ）

強度等解析（名工大）

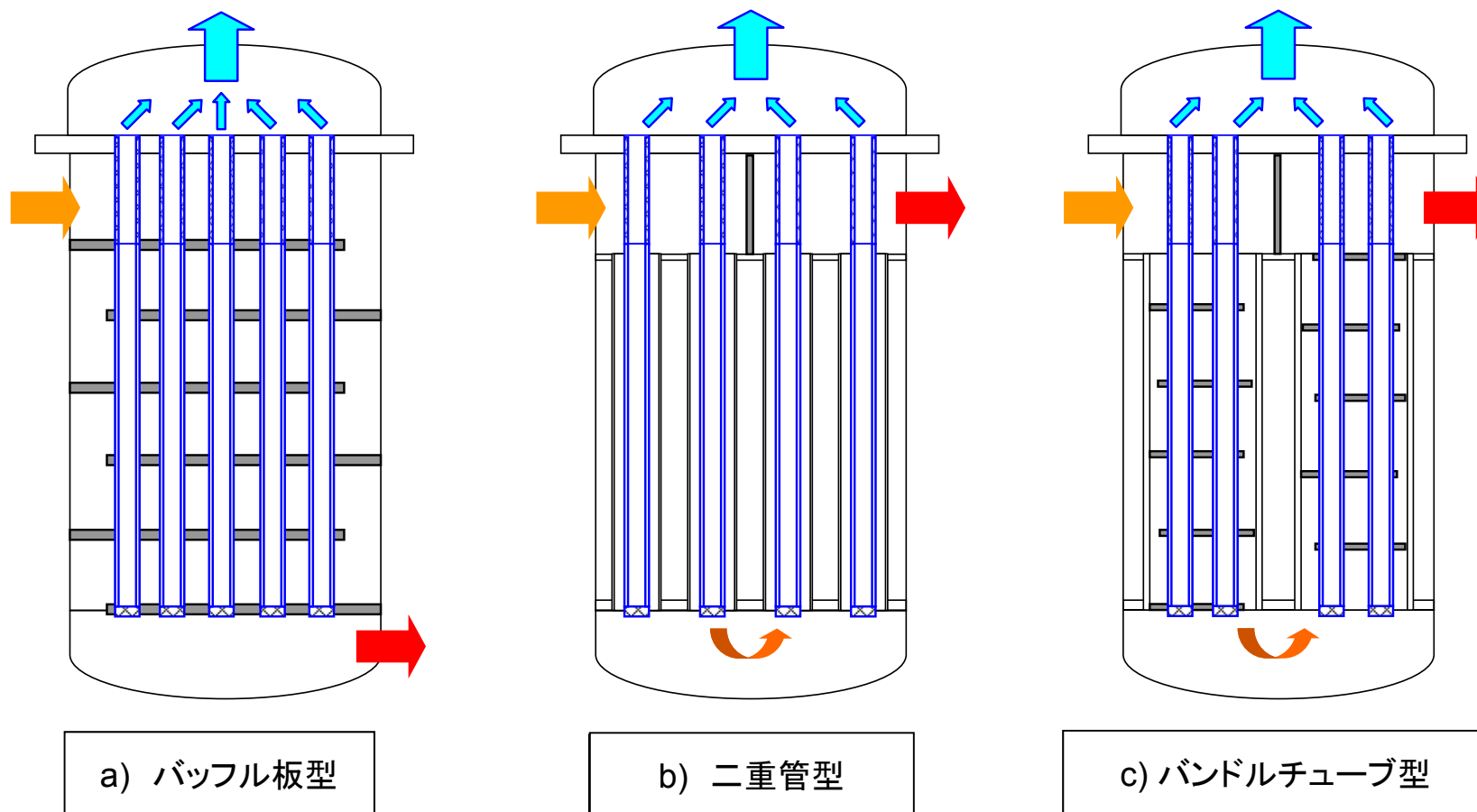
**(3) 膜分離解析モデル・シミュレーターの開発**

（千代田化工）

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目③

公開

## (1)分離膜モジュールの開発(日立造船 一体型膜エレメント)

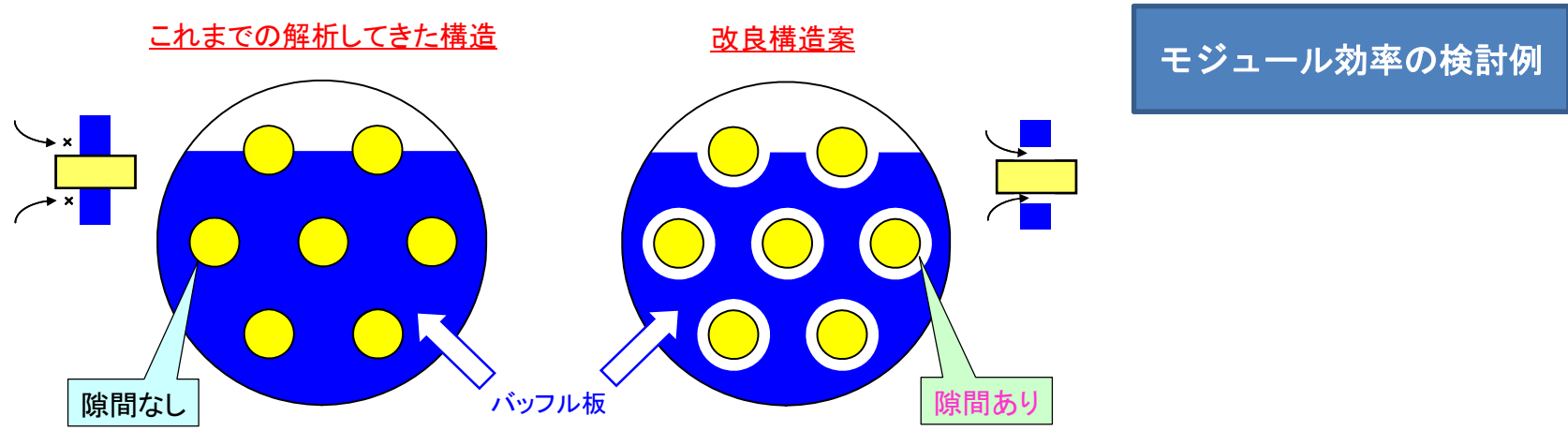


## 種々のモジュール方式

Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目③

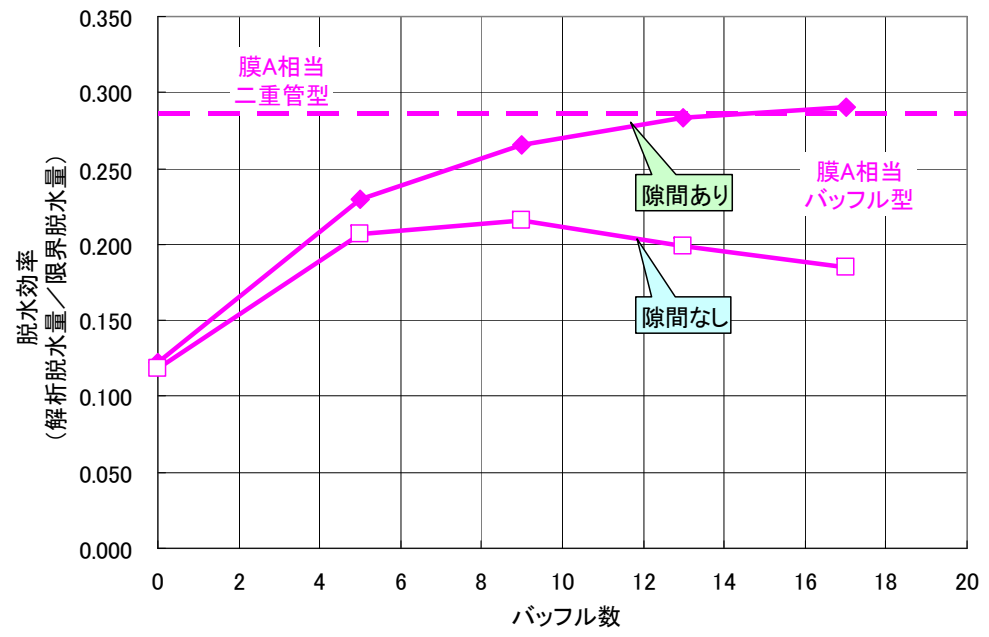
公開

(1)分離膜モジュールの開発(日立造船 一体型膜エレメント)



**【アイデア】**  
膜とバツフル板に隙間を設ける。

**【結果】**  
圧力損失の低減とバツフル板付近の有効膜面積UPにより、モジュール性能が大幅に向上し、二重管型の性能に接近。



## Ⅲ. 研究開発成果（1）目標の達成度と成果の意義 研究開発項目③

公開

(1) 分離膜モジュールの開発（三菱化学 開口管状膜エレメント）

	目標	成果	達成度
管状基材を用いたモジュール化技術	モジュールの脱水性能を評価し、実使用条件下で分離膜特性（透過度、分離係数）の60%以上を有することを実証。	高シリカチャバサイト膜約30本をモジュール化、蒸気透過試験実施。 その結果モジュールでの水透過度（ $1.9 \times 10^{-6} \text{mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})$ ）。 1本の膜で発揮する性能（ $2.6 \times 10^{-6} \text{mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})$ ）の60%以上。	○

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目③

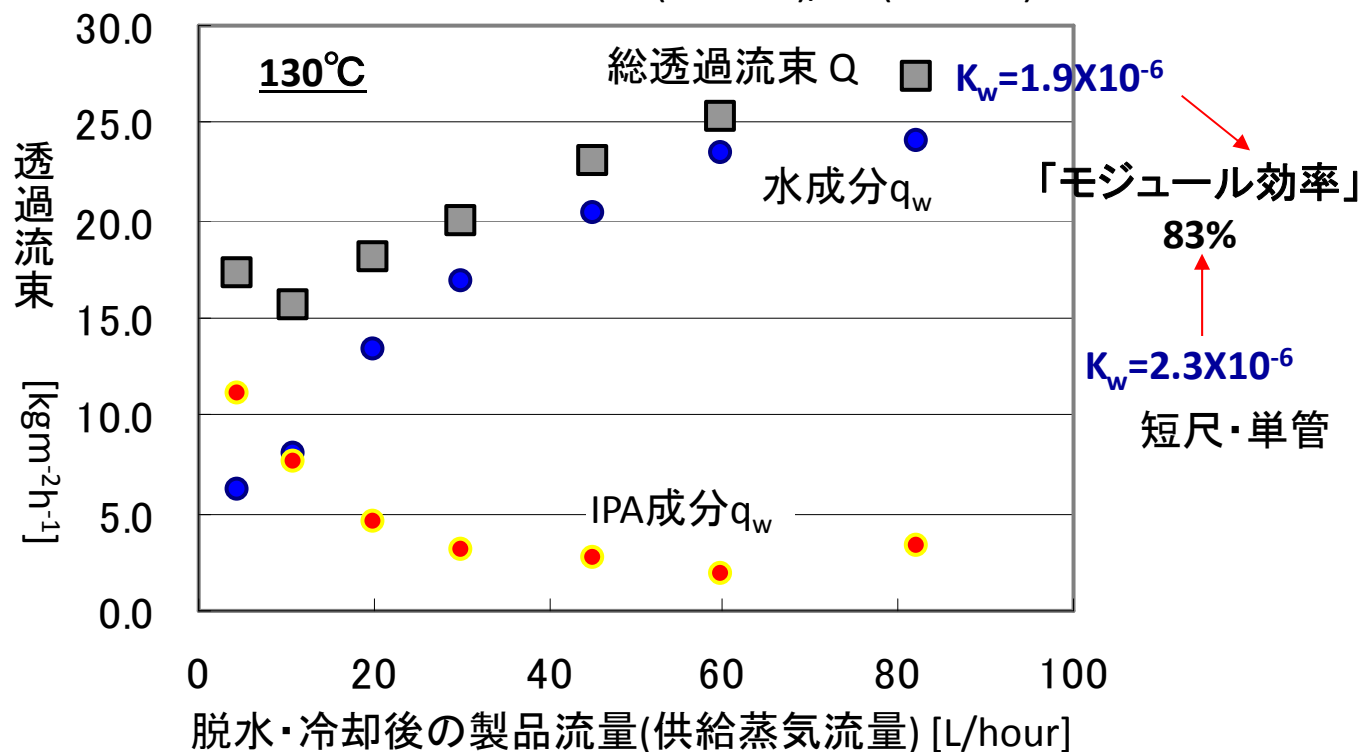
## (1)分離膜モジュールの開発(三菱化学 開口管状膜エレメント)

公開

・長尺量産製膜により得られた高シリカチャバサイト膜(12Φ, 40cm丈)のマルチエレメントモジュールを作成し、高含水IPA脱水のモジュール試験を実施。

実使用条件下で分離膜特性(透過度、分離係数)の60%以上を有することの実証

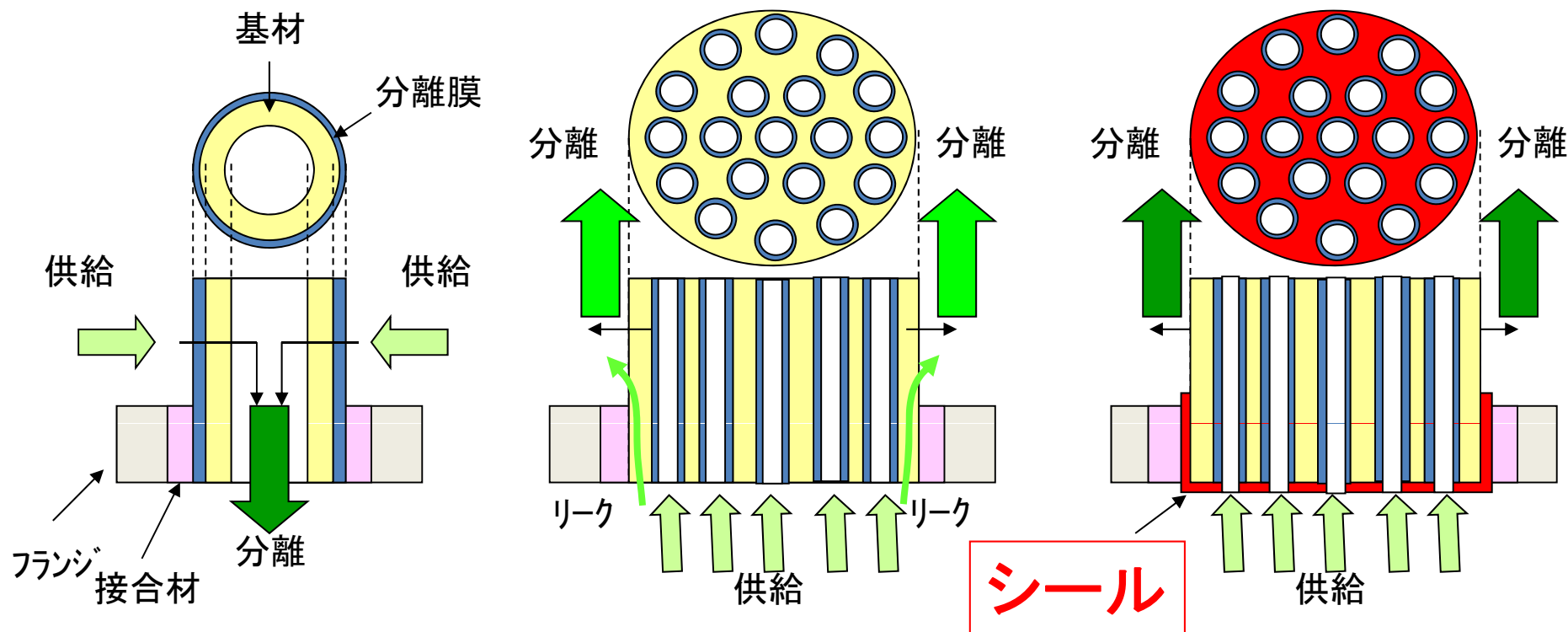
入り口供給蒸気組成: 水(25wt.)/IPA(75wt.)



Feed流量 90L/hrまで試験を実施。  
Kw  $1.89 \times 10^{-6} \text{ mol/m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa}$  を達成。

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目③

公開

(2)多チャンネル型基材を用いたモジュール化技術製膜技術(三菱化学)、  
シール材料開発(ノリタケ)、膜透過シミュレーション(千代田化工)、  
強度等解析(名工大)

マルチチャンネルの配置、支持体内の透過抵抗などをモデル化して構造を検討、強度解析も実施

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目④

公開

## 研究開発項目④の成果と達成度

研究項目	最終目標 (平成25年度末)	研究開発成果	達成度
<b>研究開発項目④: 試作材の実環境評価技術の開発</b>			
実環境評価検討 (早稲田大学) (JXエネルギー) (日立造船) (三菱化学)	実環境評価装置をJX日 鉱日石エネルギー株式 会社川崎工場のIPA製 造装置に付設し、実環 境試験を実施して膜開 発に資する。最終的に 実環境試験において膜 エレメントの水透過度 が $2 \times 10^{-7}$ mol/(m <sup>2</sup> s Pa)、分離係数200以上 が達成できることを確 認する。	①実環境評価装置の設置方法を検 討し、設置場所、プラントとの接 続方法および法対応を決定	①○
		②実環境試験の効率化を踏まえた 装置の設計を実施	②○
		③実環境評価装置の作製・設置を 実施	③○
		④合計9回の実環境評価試験を実施 し、膜性能の最終目標の達成を確 認するとともに、膜改良に貢献	④◎
		【日立造船】 FAU(Y)型膜エレメントで、約350 時間にわたって目標性能を大きく 上回る下記性能を達成。 ・水透過度： $\geq 2.6 \times 10^{-6}$ mol/(m <sup>2</sup> ・s・Pa) ・分離係数：3000前後	◎

◎大幅達成、○達成、△一部未達、×未達



## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目④

公開

## 研究開発項目④の成果と達成度

研究項目	最終目標 (平成25年度末)	研究開発成果	達成度
<b>研究開発項目④: 試作材の実環境評価技術の開発</b>			
実環境評価検討  (早稲田大学) (JXエネルギー) (日立造船) (三菱化学) (千代田化工)	実環境評価装置をJX日鉱日石エネルギー株式会社川崎工場のIPA製造装置に付設し、実環境試験を実施して膜開発に資する。最終的に実環境試験において膜エレメントの水透過度が $2 \times 10^{-7}$ mol/(m <sup>2</sup> s Pa)、分離係数200以上が達成できることを確認する。	【三菱化学】 1本の膜で累積743時間の実環境試験を行い、その間の膜性能が、水の透過度： $1.5 - 2.0 \times 10^{-6}$ mol/(m <sup>2</sup> ·s·Pa)、分離係数が10,000以上と安定していた。	○
		【千代田化工】 実環境評価試験の結果の評価を行い、十分な性能が得られていることを確認した。	◎
<b>研究開発項目④: 試作材の実環境評価技術の開発</b>			
プロセスシミュレーターの開発  (千代田化工)	既存の蒸留システムとのエネルギー効率、コストの比較を容易に行えるようなシステムを開発する。 ・プロセスシミュレーターを用いて、イソプロピルアルコール系を対象として最適な高効率・低コスト分離プロセスを設計する。	・既存の蒸留分離と膜と蒸留を組み合わせたHybrid分離システムの性能比較システムの開発 ・IPA-水、酢酸-水系を対象とした検討を行い、Hybridシステムの省エネ面での優位性を評価。さらにIPA-水系については経済性の面での優位性も評価。低コスト分離プロセスを提案した。	◎

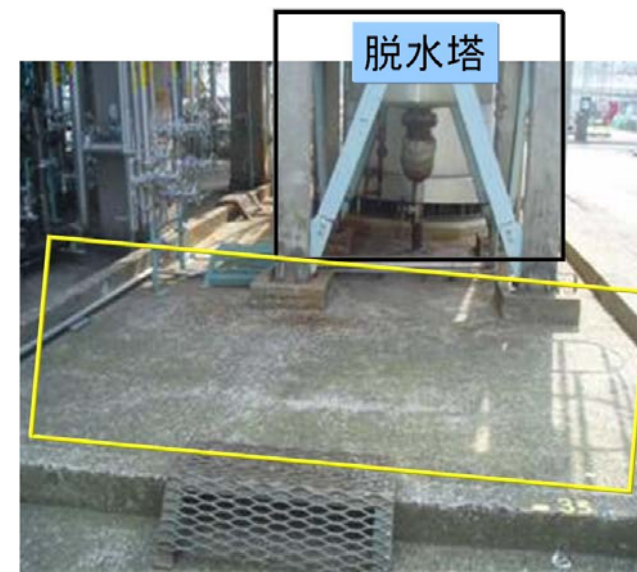
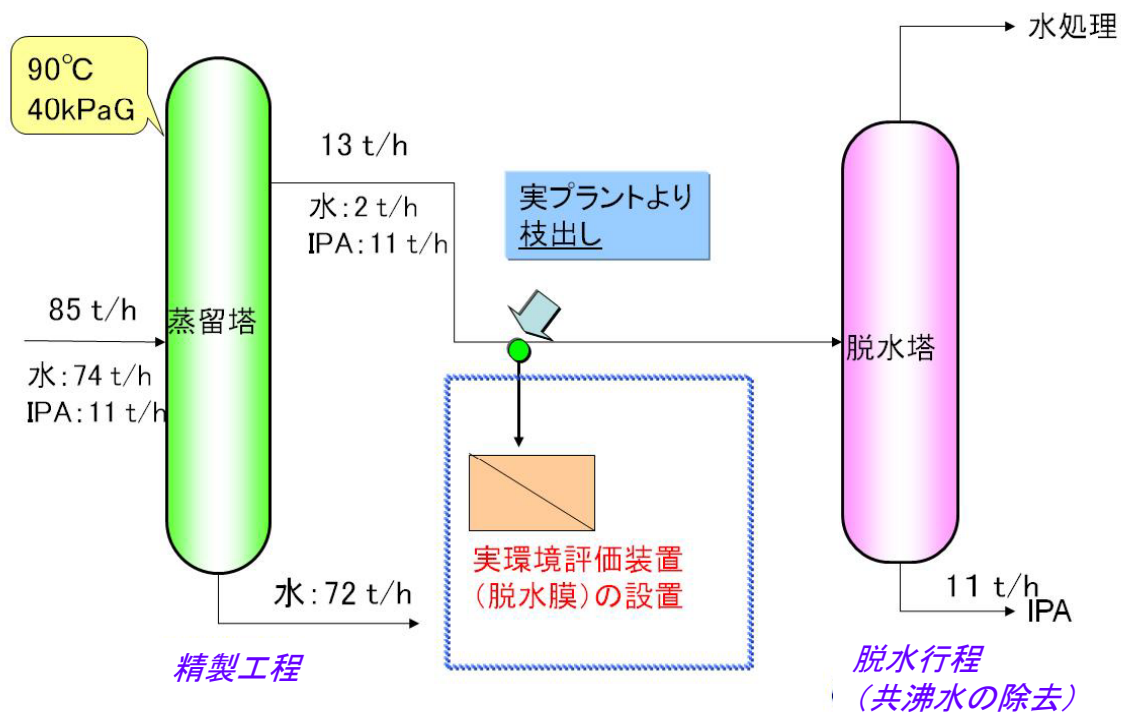
◎大幅達成、○達成、△一部未達、×未達

## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目④

公開

## (1)実環境評価検討(早稲田大、JXエネルギー)

## 実環境評価イメージ



設置箇所

実環境下試験の準備順調に進捗。世界初の石油化学工場における脱水膜の性能試験をH24に実施。



## Ⅲ. 研究開発成果 (1)目標の達成度と成果の意義 研究開発項目④

公開

## (2)プロセスシミュレーターの開発(千代田化工)

## IPA-水分離 Hybridプロセス検討

透過係数比=100における、各ケースの結果比較

項目	Base Case	Case1	Case4	Case5
		加圧蒸留	常圧ストリッパ <sup>o</sup>	コプロ蒸留
塔頂IPA濃縮度		85wt%	65wt%	85wt%
リボイラー熱量	1.00	0.72	0.31	0.12
圧縮機動力	-	-	0.04	0.08
Baseに対する 総投入熱量比	1.00	0.72	0.35	0.21
Case1に対する 膜面積比	-	1.00	1.32	0.96

投入熱量は、70～20%程度まで削減

## Ⅲ. 研究開発成果（1）目標の達成度と成果の意義

公開

**成果の意義**

- 世界初の石油化学工場における膜脱水技術の実環境化試験（IPA脱水）に向けて順調に研究は進展
- 無機膜産業創成の礎となる要素技術が確立に目途が立った
- IPA脱水について省エネルギー効果、コスト試算の結果、蒸留－膜ハイブリッドプロセスの経済合理性を確認
- 酢酸脱水にMOR型膜が超高選択性を発揮することを発見→実施計画を変更。計画を前倒して、酢酸脱水プロセスを実用化できる可能性が得られた

### Ⅲ. 研究開発成果 (2)知的財産権の取得及び標準化の取組 (3)成果の普及

## 知的財産権の取得と成果の普及

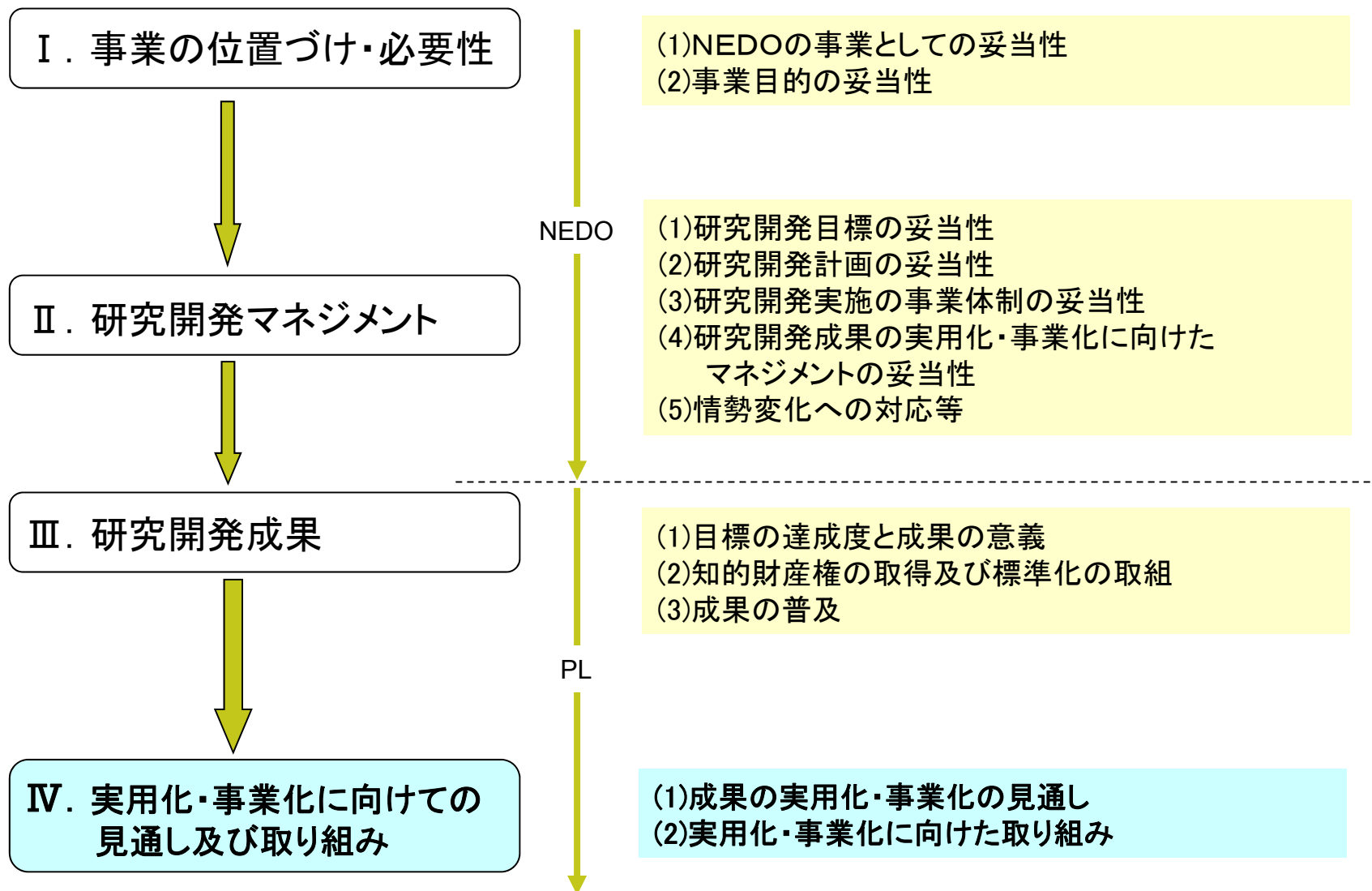
公開

#### 特許、論文、その他外部発表

年度	特許出願			論文		その他外部発表		
	国内	外国	PCT※ 出願	査読 付き	その他	学会発 表・講演	新聞・雑 誌等へ の掲載	その他
平成21	2	0	0	2	0	12	0	0
平成22	3	0	0	3	0	51	0	2
平成23	1	0	0	6	3	56	0	0
平成24	1	0	0	4	1	73	0	0
平成25	3	0	0	16	5	84	0	1
合計	10	0	0	32	8	276	0	3

※平成26年3月31日現在

## プロジェクトの概要説明・報告の流れ



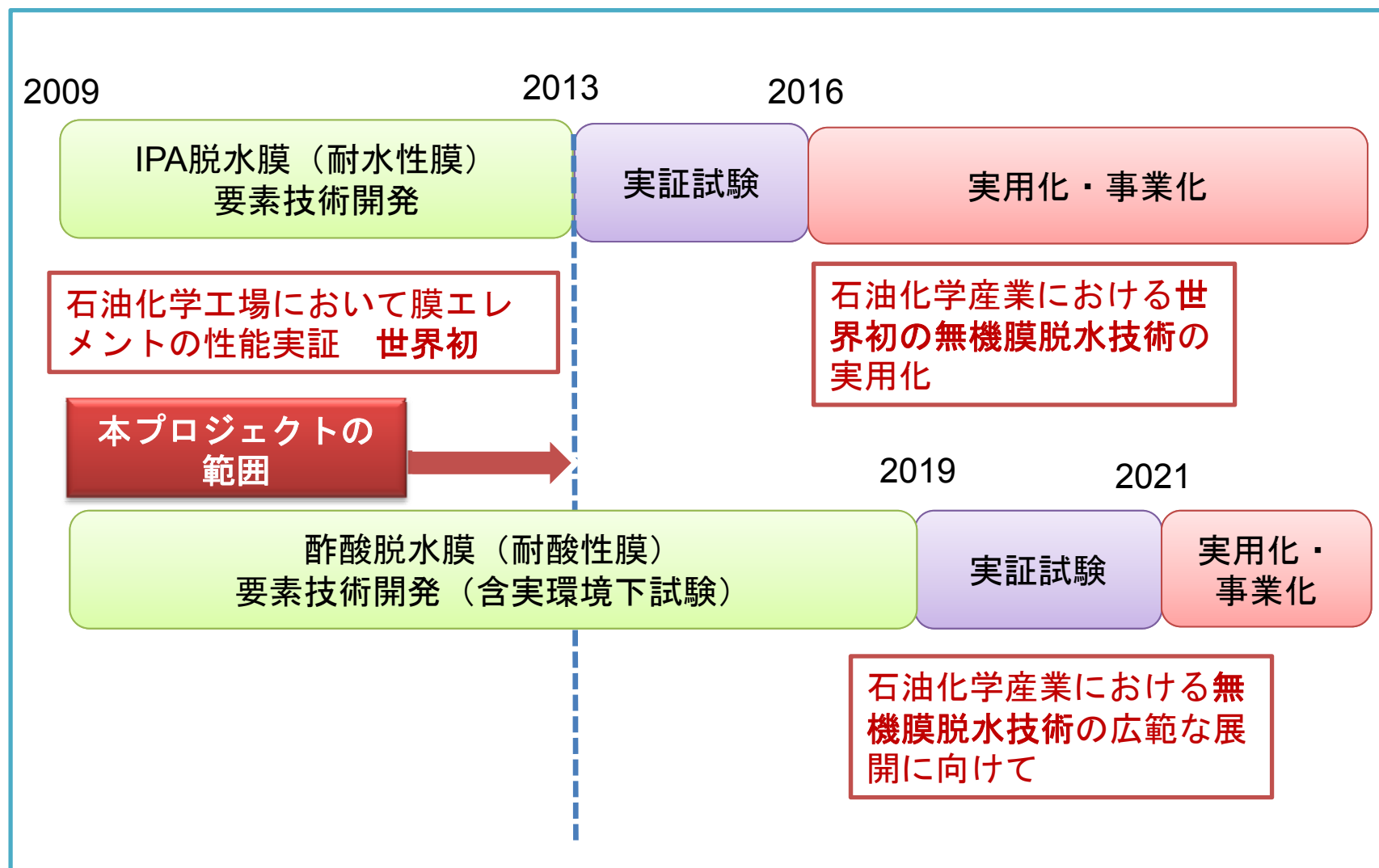


## IV. 実用化・事業化に向けての見通し及び取り組み

(1) 成果の実用化・事業化の見通し (2) 実用化・事業化に向けた取り組み

公開

## 実用化までのロードマップ





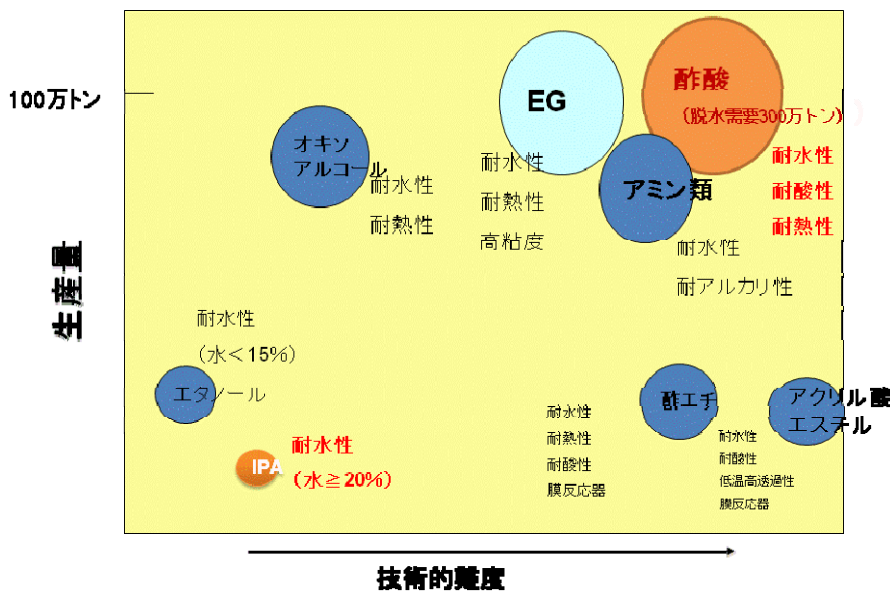
IV. 実用化・事業化に向けての見通し及び取り組み

(1)成果の実用化・事業化の見通し (2)実用化・事業化に向けた取り組み

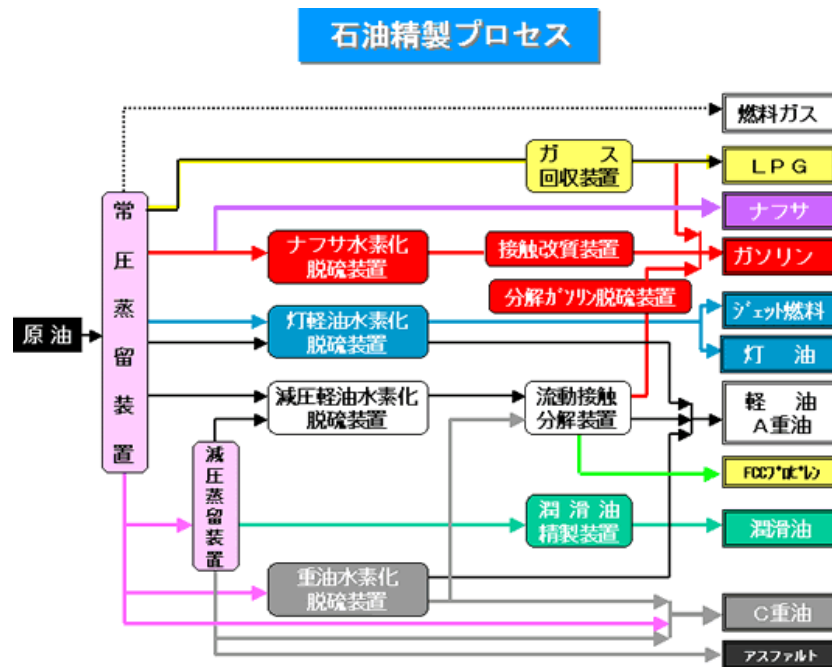
公開

波及効果

石油化学への展開



エネルギー産業への展開



広汎な産業分野への展開

平成26年度NEDO調査事業(～平成27年3月)  
 「基礎化学品製造における革新的省エネルギープロセスに関する先導的検討」  
 石油化学プラントの蒸留塔への膜分離技術導入に関する調査等を実施予定