

ナノテク・部材イノベーションプログラム

「規則性ナノ多孔体精密分離膜部材基盤技術の開発」

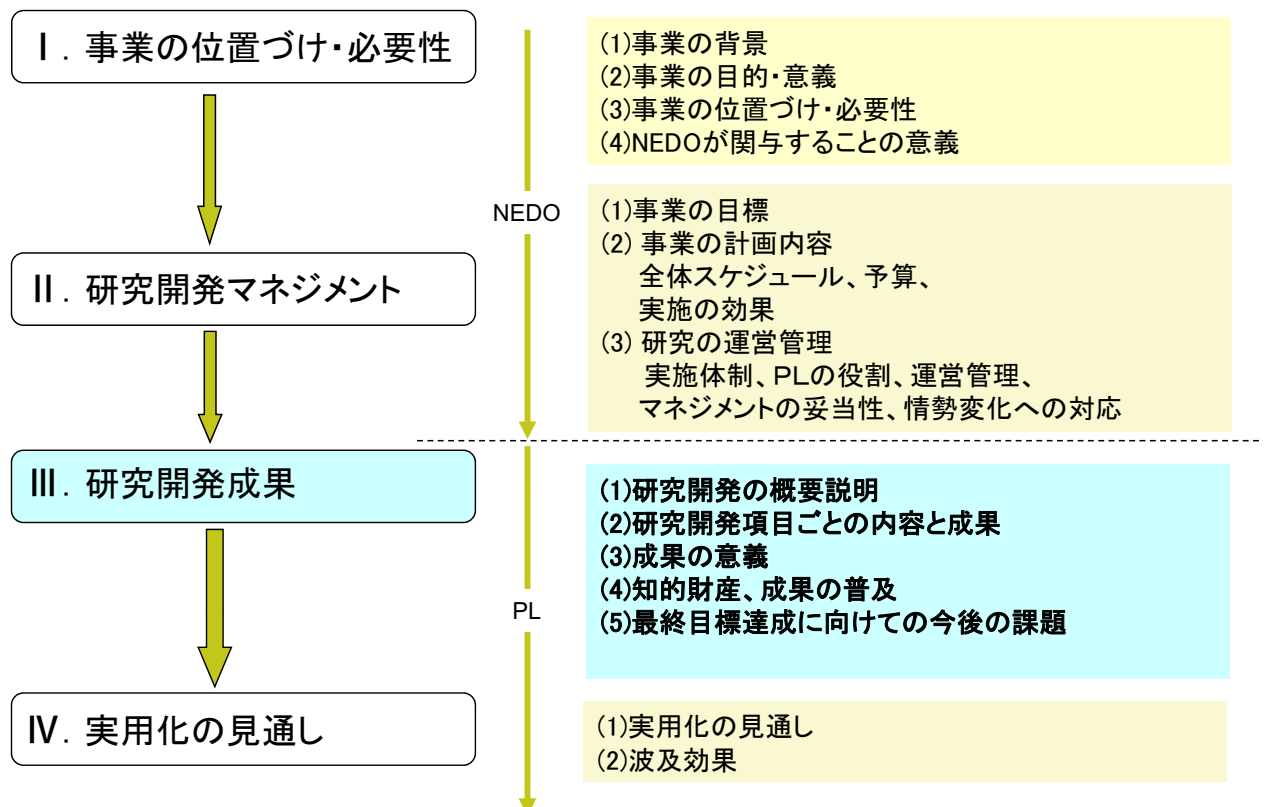
プロジェクトの概要説明

研究開発成果、実用化の見通し

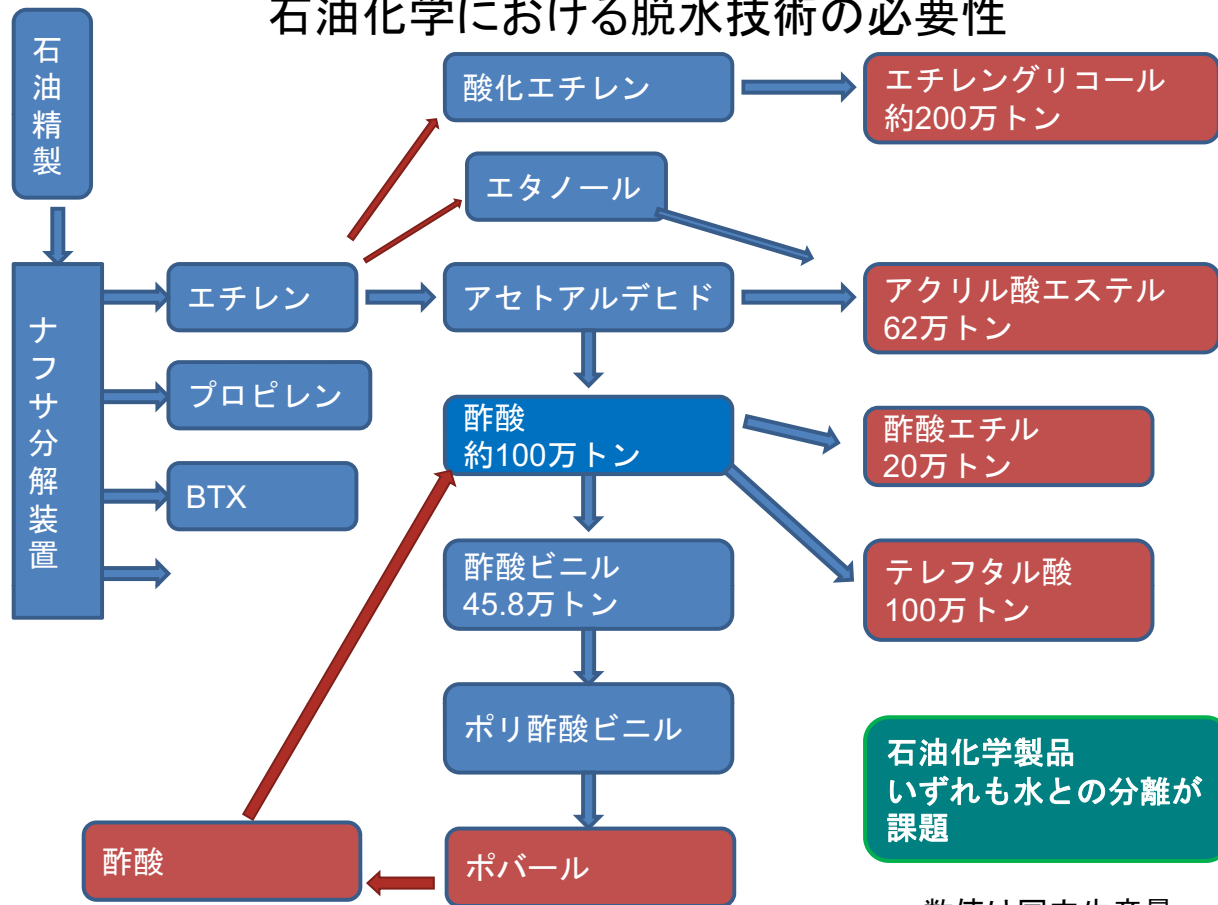
2. 研究開発項目ごとの内容と成果

規則性ナノ多孔体精密分離膜部材基盤技術の開発
（中間評価）分科会
資料6-2

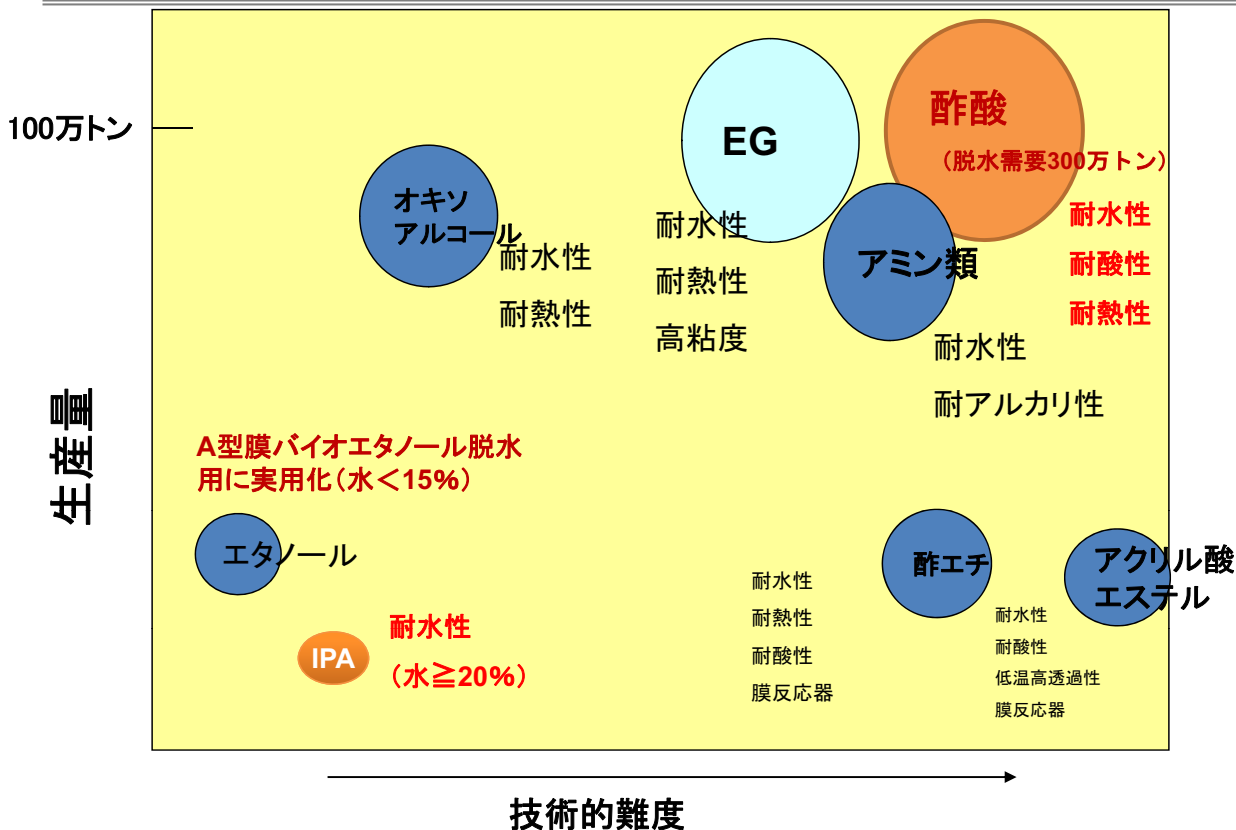
概要説明 報告の流れ



1. 研究開発の概要詳細 石油化学における脱水技術の必要性



1. 研究開発の概要詳細 開発対象技術の特徴



1. 研究開発の概要詳細

日本が世界を先導する**無機分離膜技術**をベースに、革新的な分離・精製プロセス実現する新部材を開発して、**大幅なエネルギー消費量低減と国内産業の競争力向上**に貢献する。

開発目標

1) IPA脱水用 耐水性膜と膜分離プロセス開発

JXエネルギー川崎工場IPA製造装置を用いた実環境試験の実施

石油化学工場における実使用条件での**世界初の無機脱水膜の性能評価**

2) 酢酸脱水用 耐酸性膜エレメント開発
(H22に実施計画に追加)



JXエネルギー川崎工場 IPA製造装置

1. 研究開発の概要詳細

実用化に向けてコンカレントに基盤の要素技術を開発



管状支持体開発



短尺膜



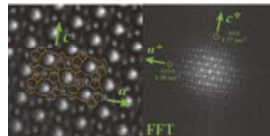
膜エレメント開発



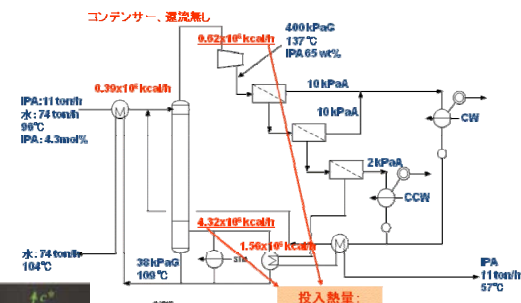
マルチチャンネル支持体



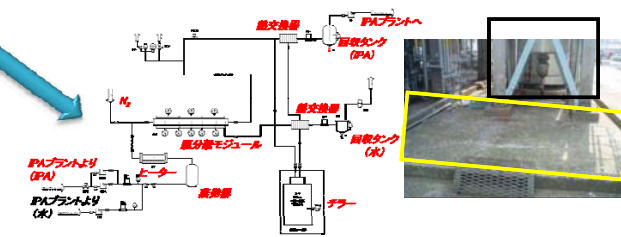
膜モジュール開発



評価技術開発



蒸留-膜ハイブリッドシステムの設計/エネルギー・コスト試算

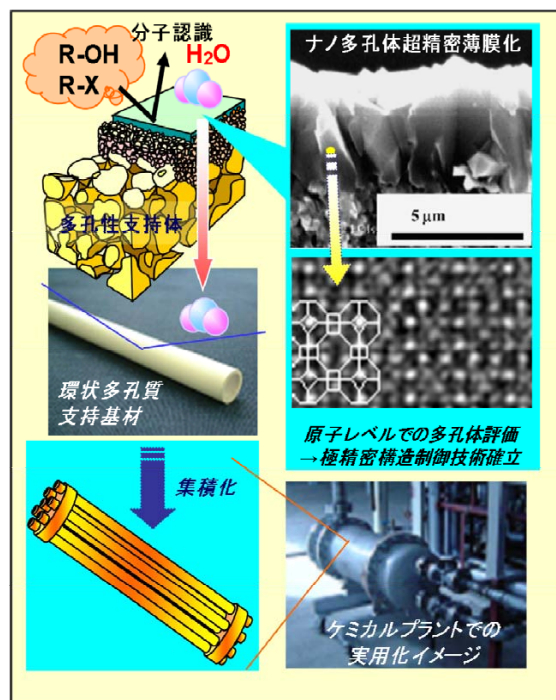


実環境下試験

1. 研究開発の概要詳細

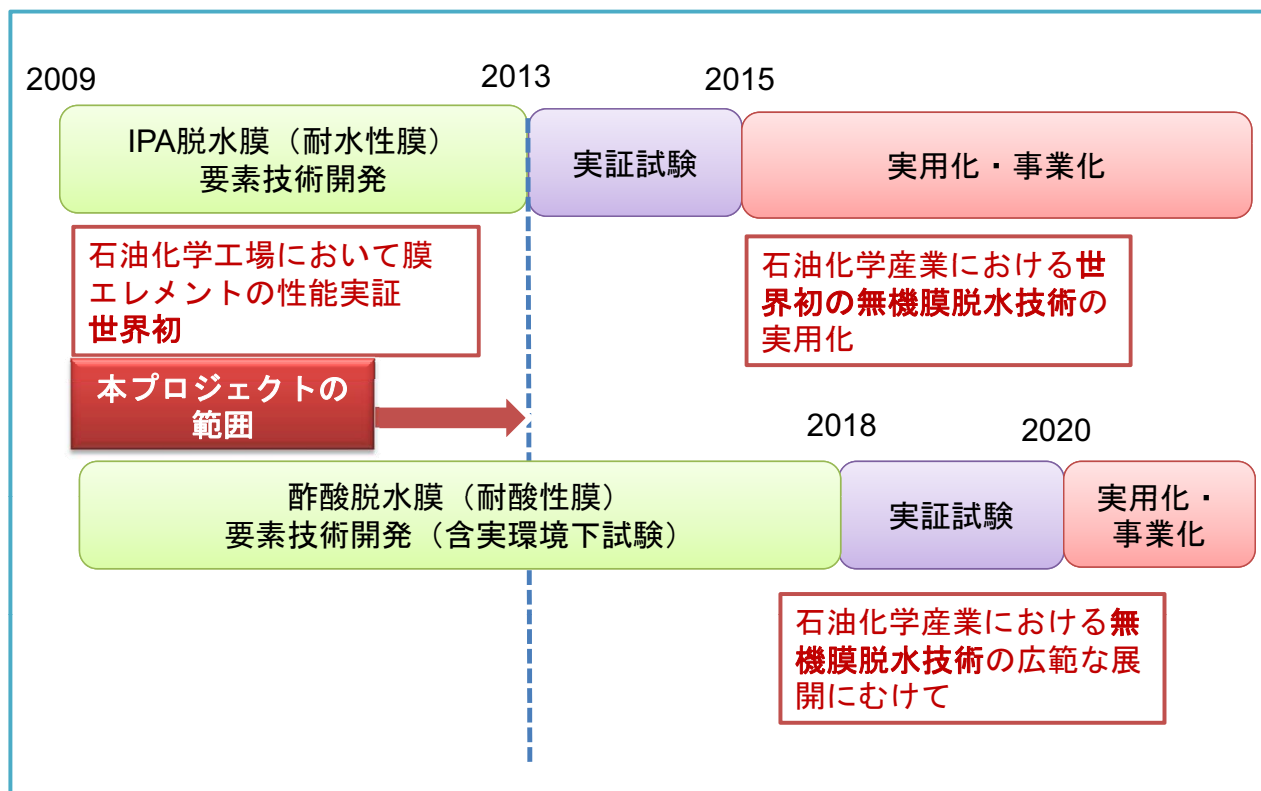
研究項目の内訳

- 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
（早稲田大学共同実験室、日立造船、三菱化学、JFCC、山口大、宇都宮大、大阪大、芝浦工大）
- 研究開発項目②
 - 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）
- 研究開発項目③
 - モジュール化技術の開発
（早稲田大、日立造船、三菱化学、千代田化工、ノリタケカンパニー）
- 研究開発項目④
 - 試作材の実証的評価技術の開発
（早稲田大、千代田化工、JXエネルギー）



1. 研究開発の概要詳細

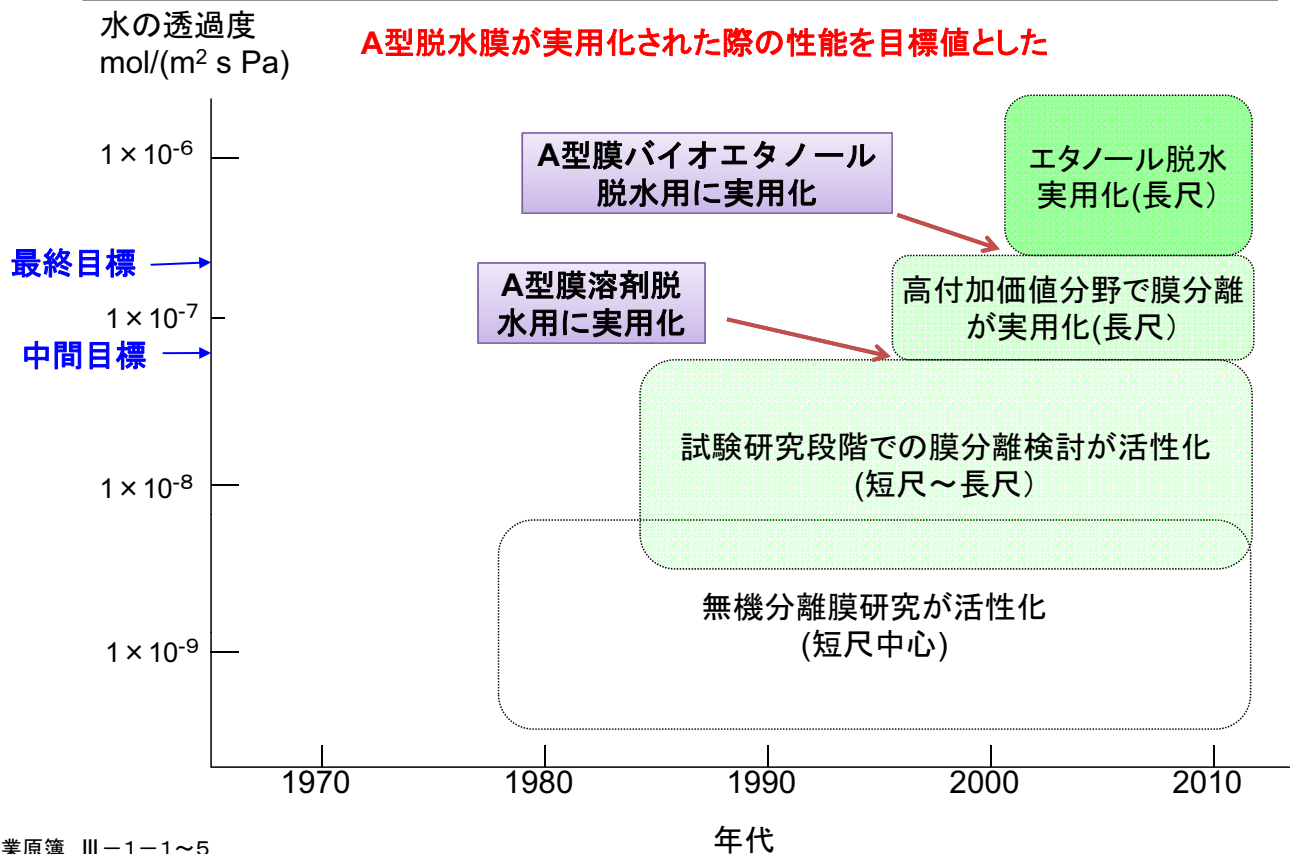
（実用化までのロードマップ）



1. 研究開発の概要詳細

公開

中間目標と最終目標設定の背景



2. 研究開発項目ごとの内容と成果

公開

- ◎優れた結果が得られた
- 順調に進捗しており、23年度中に中間目標達成見込み
- △23年度開始であるが、23年度中に中間目標は達成見込み

研究項目	目標項目	中間目標	現時点での達成度	達成度	今後の課題
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)	短尺膜による膜の基盤的研究開発	IPA脱水用: 150℃以下で水透過度 8×10^{-8} mol/(m ² ·s·Pa)、分離係数100以上 酢酸脱水用: 250℃以下で水透過度 8×10^{-8} mol/(m ² ·s·Pa)、分離係数100以上	IPA脱水用: 水透過度 2×10^{-7} mol/(m ² ·s·Pa)、分離係数450 (100℃、IPA/水=80/20) 酢酸脱水用: 水透過度 2.5×10^{-7} mol/(m ² ·s·Pa)、分離係数>25000 (150℃、酢酸/水=10 kPa/10 kPa)	◎	<ul style="list-style-type: none"> ➢膜調製法の改良 ➢透過分離性能の向上

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

公開

研究項目	目標項目	中間目標	現時点での達成度	達成度	今後の課題
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 (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: 2×10^{-7} mol/($m^2 \cdot s \cdot Pa$)、 分離係数: 200</p> <p>②酢酸/水分離系 透過速度: 2×10^{-7} mol/($m^2 \cdot s \cdot Pa$) 分離係数: 200</p>	<p>大型膜エレメントを工業的に製造するための基盤技術を開発する。</p> <p>①IPA/水分離系 透過速度: 8×10^{-8} mol/($m^2 \cdot s \cdot Pa$)、 分離係数: 100</p> <p>②酢酸/水分離系 透過速度: 8×10^{-8} mol/($m^2 \cdot s \cdot Pa$)、 分離係数: 100</p>	<p>分離系に対応したゼオライト種を選定し、膜分離性能を評価。高含水IPAではFAU(Y型)で最終目標を達成。原料条件(重量比)</p> <p>IPA・酢酸/水=80/20 (VP mode 130°C)</p> <p>①IPA/水分離系 ・FAU(Y型)長尺:1mレベル 水透過度: $\geq 5.4 \times 10^{-7}$ mol/($m^2 \cdot s \cdot Pa$) 分離係数:2000以上 ・MFI(ZSM-5)長尺:1mレベル 水透過度 9.0×10^{-7} mol/($m^2 \cdot s \cdot Pa$) 分離係数:114</p> <p>②酢酸/水分離系 ・MOR長尺:1mレベル 水透過度: 1.3×10^{-7} mol/($m^2 \cdot s \cdot Pa$) 分離係数:703</p>	◎	<p>➢MFI(ZSM-5)、MORの性能改良</p> <p>➢安定した膜性能を得るための工業的製造条件把握</p>

◎優れた結果が得られた

○順調に進捗しており、23年度中に中間目標達成見込み

△23年度開始であるが、23年度中に中間目標は達成見込み

事業原簿 III-2. 1. 1-75~79

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

公開

研究項目	目標項目	中間目標	現時点での達成度	達成度	今後の課題
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 (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: 水透過度 8×10^{-8} mol/($m^2 \cdot s \cdot Pa$)、 分離係数100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>酢酸脱水用: 水透過度 8×10^{-8} mol/($m^2 \cdot s \cdot Pa$)、 分離係数100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>IPA脱水用: 0.8m長膜 水透過度 2×10^{-7} mol/($m^2 \cdot s \cdot Pa$)、 分離係数500(75°C、IPA/水=90/10)</p> <p>酢酸脱水用: 0.8m長膜、水透過度 2.5×10^{-7} mol/($m^2 \cdot s \cdot Pa$)、 分離係数118(75°C、酢酸/水=50/50)</p>	◎	<p>➢1m長の試作</p> <p>➢製造安定性の確認</p> <p>➢更なる性能向上のための製膜条件検討</p>

◎優れた結果が得られた

○順調に進捗しており、23年度中に中間目標達成見込み

△23年度開始であるが、23年度中に中間目標は達成見込み

事業原簿 III-2. 1. 1-75~79

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

公開

研究項目	目標項目	中間目標	現時点での達成度	達成度	今後の課題
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	新規支持体への製膜検討に着手し、構造欠陥を評価する評価法を確立する。	（平成23年度に実施）	△	<ul style="list-style-type: none"> ▶新規支持体膜用製膜検討 ▶新規支持体膜の評価

◎優れた結果が得られた

○順調に進捗しており、23年度中に中間目標達成見込み

△23年度開始であるが、23年度中に中間目標は達成見込み

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

公開

研究項目	目標項目	中間目標	現時点での達成度	達成度	今後の課題
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 （ファインセラミックスセンター）	透過電子顕微鏡（TEM）法の高度化	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	加速電圧100kV～300kVの範囲で分解能0.2 nm以上の高分解能TEM観察を可能にした	○	<ul style="list-style-type: none"> ▶多チャンネル型試料の解析を可能とする試料作成法の開発を行う ▶結晶粒界における細孔チャンネルの連続性に関する評価解析法を確立する
		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	管状試料のTEM観察を可能にした		
		ゼオライト結晶粒界等に関わる知見を得る	MFIゼオライトの粒界構造の観察に成功した		
		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	アルミナ多孔体基板の細孔内に形成されたゼオライト相の組成像を測定した		
		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	モデル材を用いた電子線トモグラフィ観察条件をほぼ確立。		

◎優れた結果が得られた

○順調に進捗しており、23年度中に中間目標達成見込み

△23年度開始であるが、23年度中に中間目標は達成見込み

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

公開

研究項目	目標項目	中間目標	現時点での達成度	達成度	今後の課題
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 (ファインセラミックスセンター)	計算科学的手法を用いた解析	原子オーダーでの微細構造解析法を可能とする ガス分子の透過性をシミュレーションを実施する	FAU双晶界面を対象として原子オーダーでの解析を実証した ND計算に必要な初期状態をモンテカルロ法で求める手法を確立し、MORの細孔内での拡散係数を算出した	○	<ul style="list-style-type: none"> MD法を用いたゼオライト結晶内での分子拡散シミュレーション法を高度化する プロセス支援に必要な見解を得るために評価技術の改良・開発を行う
	プロセス開発支援		現時点までに開発された手法を用いて、6機関からの依頼に対応中である		
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)	膜構造の評価技術	ゼオライト膜の粒界評価	装置の導入完了	○	各種ゼオライト膜を用いた粒界評価

◎優れた結果が得られた
○順調に進捗しており、23年度中に中間目標達成見込み
△23年度開始であるが、23年度中に中間目標は達成見込み

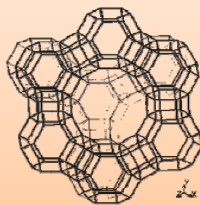
事業原簿 III-2.1.2-26~27

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

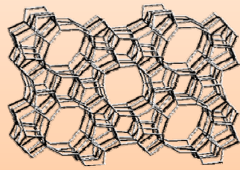
公開

**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**

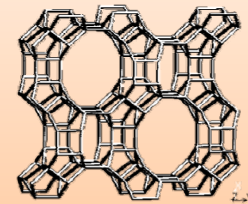
耐水性、耐酸性が期待できるゼオライトを中心に検討



Y型
0.74 nm



ZSM-5
 $\begin{cases} 0.56 \text{ nm} \times 0.53 \text{ nm} \\ 0.55 \text{ nm} \times 0.51 \text{ nm} \end{cases}$



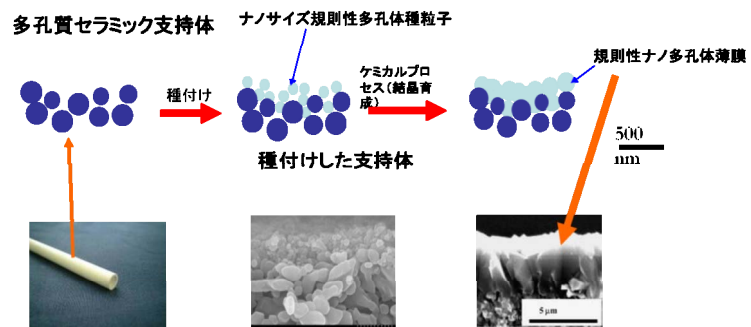
モルデナイト
 $\begin{cases} 0.70 \text{ nm} \times 0.65 \text{ nm} \\ 0.57 \text{ nm} \times 0.26 \text{ nm} \end{cases}$

中間目標値：

IPA脱水用

150°C以下で水透過度 8×10^{-8} mol/(m²·s·Pa)、分離係数100以上
酢酸脱水用

250°C以下で水透過度 8×10^{-8} mol/(m²·s·Pa)、分離係数100以上



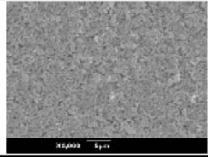
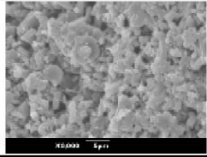
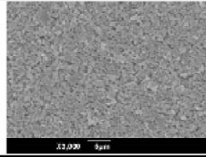
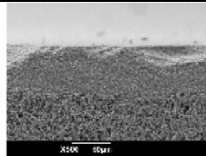
事業原簿 III-2.1.1-3

2. 研究開発項目ごとの内容と成果 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

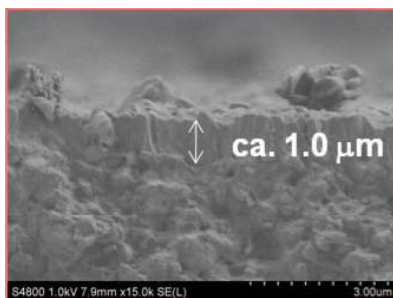
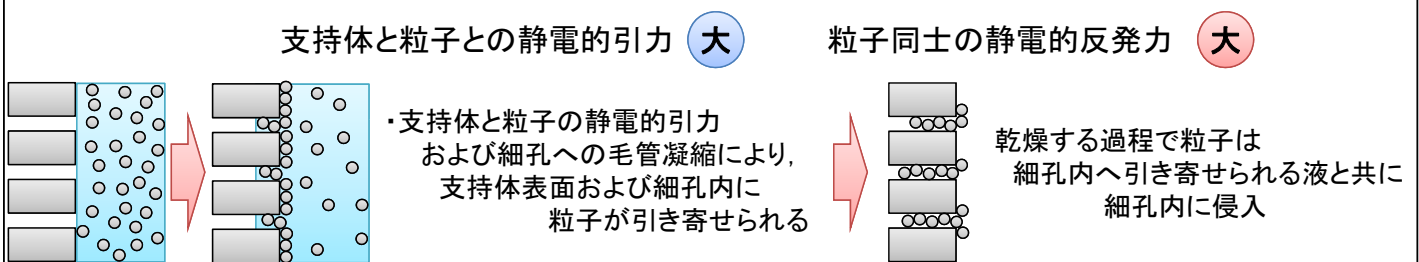
サンプル	NS-1	NS-2	NA-1
外径[mm]	10	10	10
内径[mm]	7	7	7
平均細孔径[nm]	150	700	150(中間層),700(基材)
気孔率[%]	35-40	45-50	35-40(中間層) 45-50(基材)
圧壊強度[MPa]	31	18	18
窒素透過率[mol/m ² Pa s]	1×10^{-6}	2×10^{-3}	1×10^{-3}
表面 SEM 像			
断面 SEM 像	—	—	

事業原簿 III-2. 1. 1-5

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

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(IPA脱水用短尺膜)



$$P = 7.4 \times 10^{-7}$$

$$\alpha = 702$$

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

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

Membrane temperature; 373 K

Feed composition; H₂O/IPA=20 /80%(wt) , (H₂O/IPA=45/55 kPa)

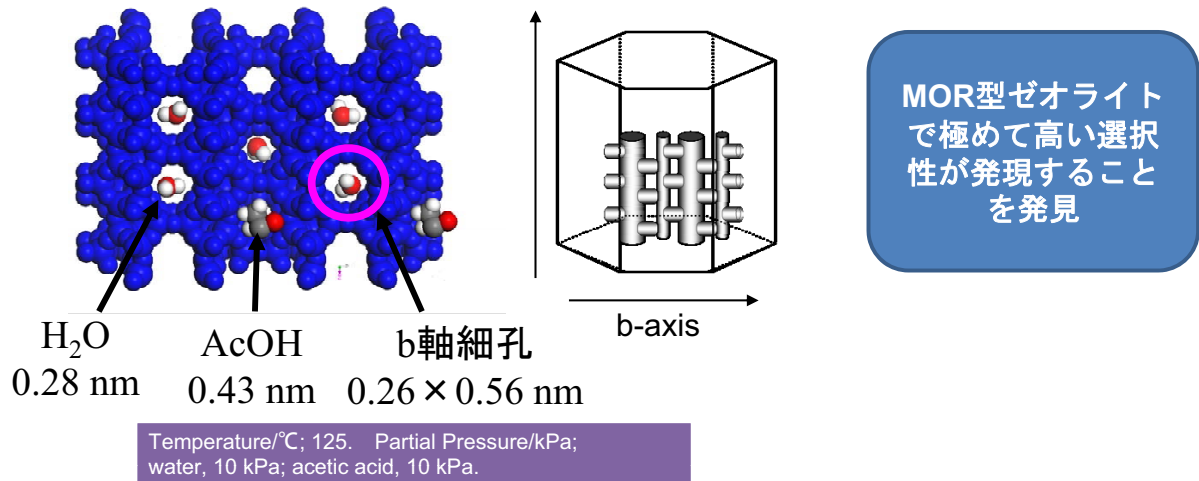
事業原簿 III-2. 1. 1-15

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

公開

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（酢酸脱水用短尺膜）

Permeance mol s⁻¹ m⁻² Pa⁻¹

	Water	Acetic acid	α
Random	9.4 × 10 ⁻⁸	—	>400,000
	7.6 × 10 ⁻⁸	—	>400,000
C-axis	1.9 × 10 ⁻⁸	3.2 × 10 ⁻¹⁰	60

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

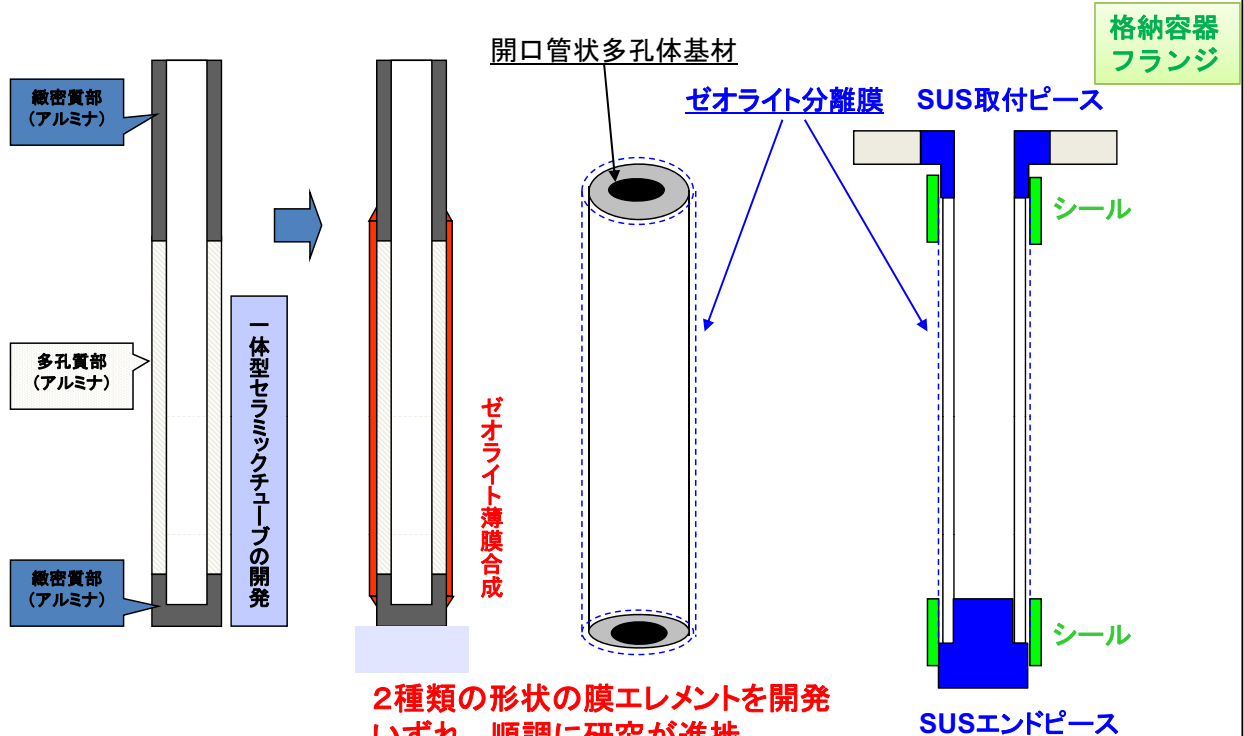
公開

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（長尺膜）

一体型管状膜エレメント（日立造船）

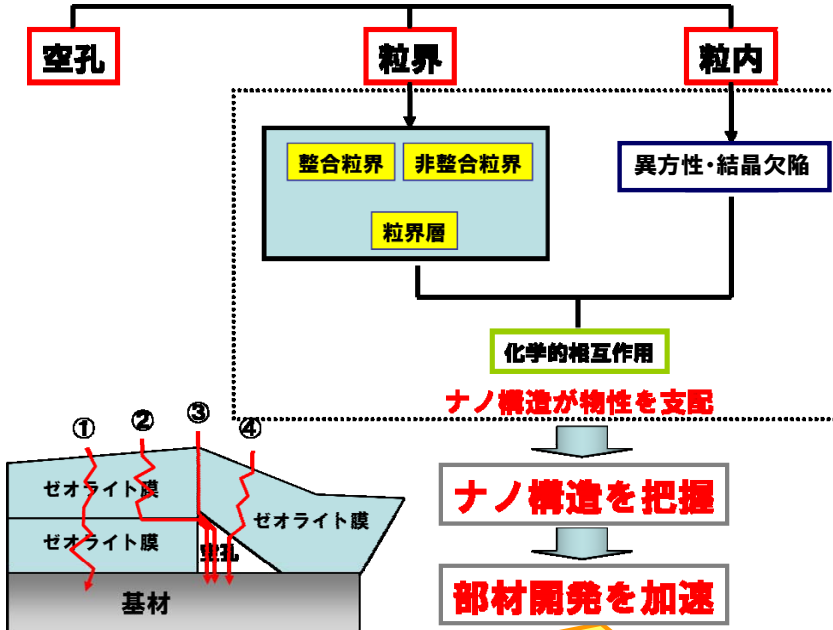
開口管状膜エレメント（三菱化学）



2. 研究開発項目ごとの内容と成果 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（JFCC）

公開

透過特性を支配する微細構造因子



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

分離特性の支配因子の解明

信頼性の向上

プロセスの開発指針の提示

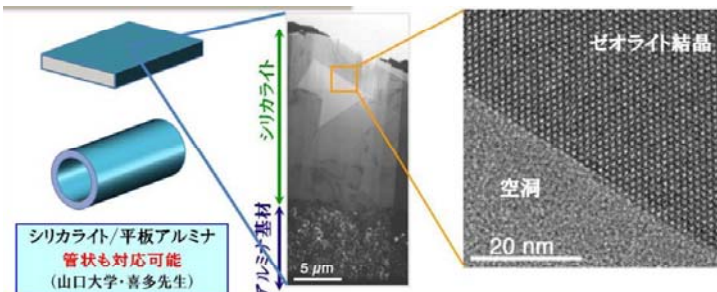
2. 研究開発項目ごとの内容と成果 研究開発項目①
 分離膜製造基盤技術および分離膜評価技術の開発（JFCC）

公開

多様な高品位のTEM試料作製法の開発を達成

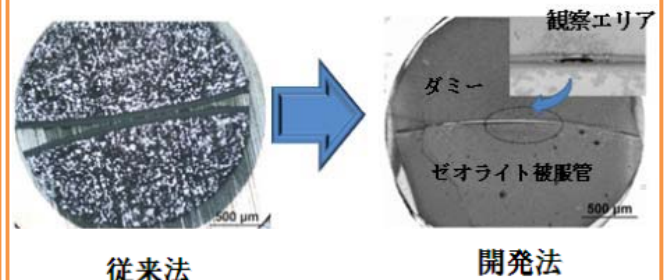
FIB法の応用

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

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

公開

研究項目	目標項目	中間目標	現時点での達成度	達成度	今後の課題
研究開発項目②: 分離膜用セラミック多孔質基材の開発					
セラミックス多孔質基材の開発 (リタケカンパニー)	原料種の適正化	・製膜、脱水プロセス条件下で大幅な強度劣化の無い基材開発。 ・細孔径、透過特性、表面平滑性、耐化学特性を有する基材開発。	・3タイプの製膜試験用基材提供。焼成温度のみの制御で細孔径制御可能。	○	・製膜試験、評価結果を受けた基材特性のカスタムメイド。 ・基材ゼータ電位が製膜プロセスに与える影響解明。 ・酢酸脱水膜用多孔質基材の長尺化。 ・カスタムメイドされた基材の基礎特性把握と多孔質構造との相関性解明。
	混練・焼成等プロセスの改良				
	表面化学特性評価の実施	・多孔質基板のゼータ電位測定方法確立。			
(名工大)	基材長尺化のための作製条件探索	・酢酸脱水膜用基材長尺化。	・製膜試験用支持体の長尺化成形条件適正化完了。		
	分離膜性能と基材特性の相関性解明	・熱・機械的特性および耐化学特性評価基礎技術の構築	各種多孔質基材の熱機械的特性評価および耐化学特性評価を完了		

研究開発項目②: 分離膜用セラミック多孔質基材の開発

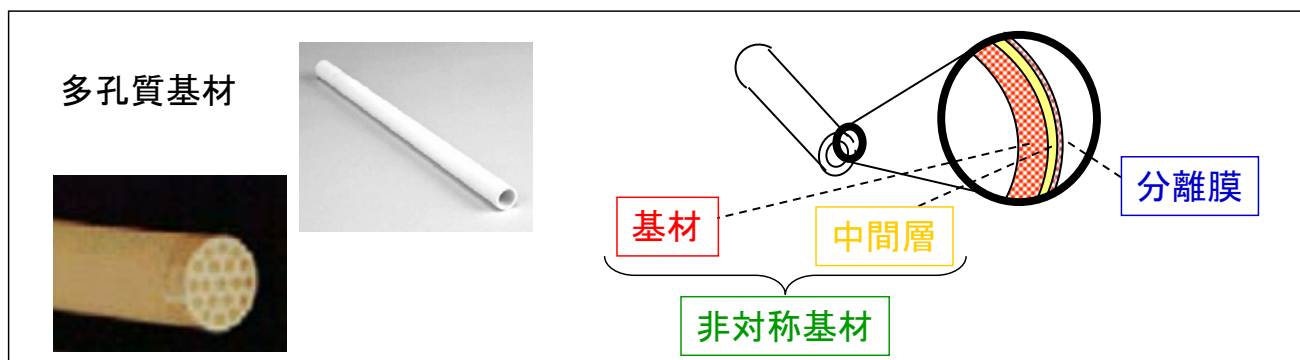
多チャンネル型セラミックス多孔質基材の開発 (リタケカンパニー)	複雑形状作製プロセス開発	・長さ1m当たり0.2m ² の膜面積を有する基材開発。	・多チャンネル成形用坯土条件把握。	○	・多チャンネル型長尺化および内管表面構造制御条件確立。 ・多チャンネル型基材熱・機械・化学的評価手法確立
	内管表面構造制御方法検討		・単管レベルの表面層製膜方法検討中		
(名工大)	多チャンネル基材特性評価方法検討	・熱機械化学的耐久性評価手法構築	・多チャンネル型基材の圧壊強度の測定手法を開発		

事業原簿 Ⅲ-2. 2. 1-18~19

事業原簿 Ⅲ-2. 2. 2-10

2. 研究開発項目ごとの内容と成果 研究開発項目② 分離膜用セラミック多孔質基材の開発 (リタケカンパニー、名工大)

公開



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

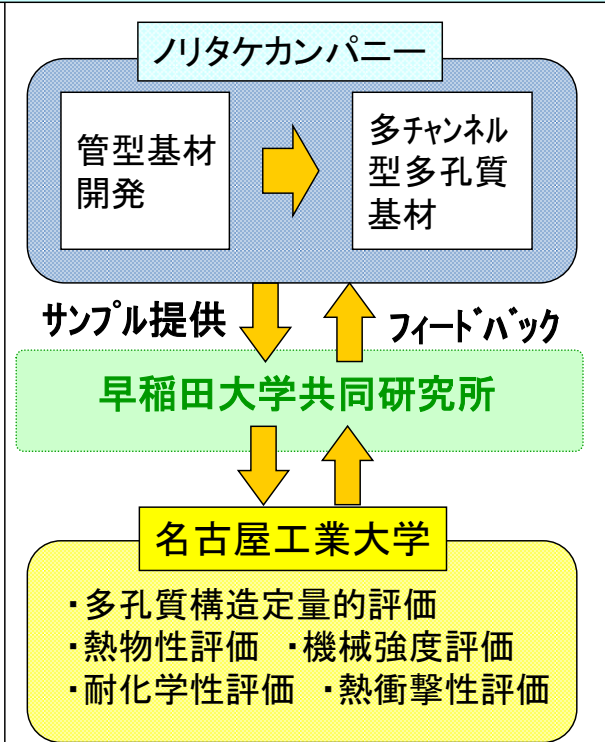
分離膜開発 ↔ 多孔質基材開発

2. 研究開発項目ごとの内容と成果 研究開発の実施体制

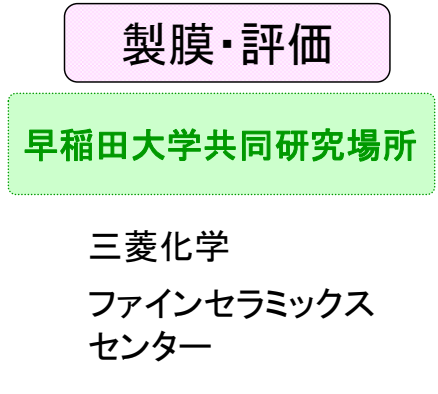
公開

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



サンプル提供
フィードバック



事業原簿 Ⅲ-2. 2. 1-1

2. 研究開発項目ごとの内容と成果 研究開発項目② 分離膜用セラミック多孔質基材の開発 (Niratake Company, GyuSai University)

公開

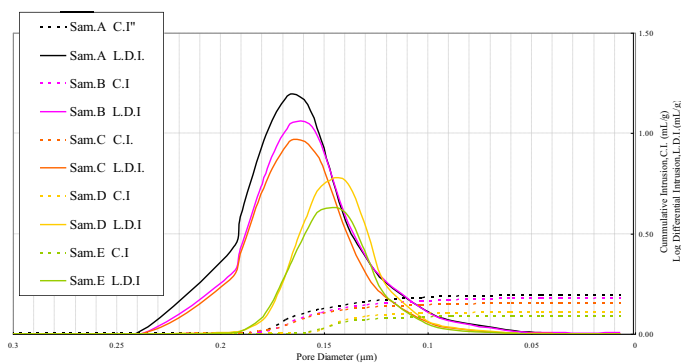
製膜基材用スペック

- ・細孔径、構造(対称・非対称)の異なる基材3種を製作
- ・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 ₂ 透過率 [mol/(m ² Pa s)]	1 × 10 ⁻⁶	2 × 10 ⁻⁵	1 × 10 ⁻⁵

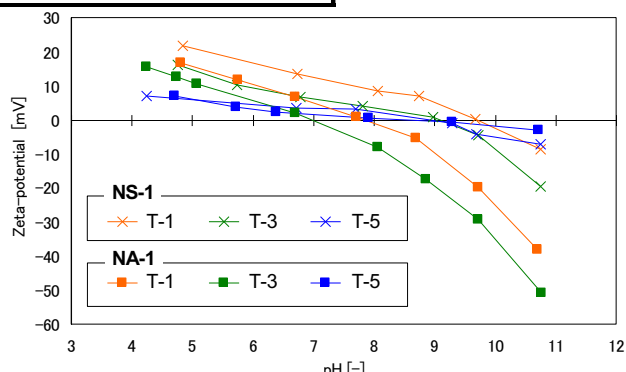


Φ10, L=800
多孔質アルミナ基材



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

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

公開

研究項目	目標項目	中間目標	現時点での達成度	達成度	今後の課題
研究開発項目③:モジュール化技術の開発					
管状基材を用いたモジュール化技術（早稲田大学）	管状膜の簡易シミュレータ開発	単一管状膜の1次元シミュレーターを開発	シミュレータ完成	○	▶多チャンネル型膜モジュールシミュレーターを開発
	多チャンネル型膜モジュールのシミュレータ開発	多チャンネル型膜モジュールシミュレーターを開発	(23年度実施)		
研究開発項目③:モジュール化技術の開発					
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	膜分離解析モデル完成	ガス流れ解析用熱移動モデル完成	○	▶バッフル型モジュールによる実環境試験と解析結果の照合 ▶目標モジュール効率(60%)を到達させる構造アイデアの創出/実証
		脱水性能阻害要因の分析	二重管型とバッフル型の解析にて各々の有効性評価		
	シール技術確立	1000時間以上耐久性確保	グランドパッキンシール性良好 メタルパッキン構造検討中	○	▶耐久試験実施 ▶SUSパッキン構造の再検討/検証

◎優れた結果が得られた ○順調に進捗しており、23年度中に中間目標達成見込み △23年度開始であるが、23年度中に中間目標は達成見込み
事業原簿 Ⅲ-2.3.1-24、Ⅲ-2.3.3-5

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

公開

研究項目	目標項目	中間目標	現時点での達成度	達成度	今後の課題
③-2-3(1)					
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	操作温度100-150℃程度、高含水、酸性(pH=2)有機溶剤等の条件下において、1000時間以上の耐久性を満足するシール技術の開発	150℃、IPA90%中では、4000時間の耐久性確認済 150℃まで、酢酸濃度95wt%中で、選定したシール材料に問題無い事を確認	○	▶シール材料の長期耐久性試験の実施 ▶形状要素と膜利用効率の関係についてテスト用モジュールでデータを採取し、シミュレーションにより解析
	マルチエレメント格納容器設計	膜の利用効率を規定している要素技術を解明する	バッフル型のテスト用モジュール内の流動解析モデルを作成し、バッフル構造とモジュール効率の関係を整理	○	

◎優れた結果が得られた
○順調に進捗しており、23年度中に中間目標達成見込み
△23年度開始であるが、23年度中に中間目標は達成見込み

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

公開

研究項目	目標項目	中間目標	現時点での達成度	達成度	今後の課題
研究開発項目③:モジュール化技術の開発					
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)	使用条件に耐えるシール材料を選定する	使用条件に耐えるシール材料を選定する	(平成23年度に実施)	△	▶材料の調査、選定と使用条件での耐久性試験
研究開発項目③:モジュール化技術の開発					
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	製膜および使用条件において大幅な強度劣化を生じない端面シール材料の選定および塗布方法確立。	ガラス、有機-無機ハイブリッド材料からシール材料を選定。	○	耐久性試験の実施とガラス組成調整により達成可能。
	選択した端面シール材料の耐久性評価		各種材料について熱的耐久性評価を実施。		
研究開発項目③:モジュール化技術の開発					
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	容器構造の最適化	単一膜管の3次元CFDシミュレーターを作成し、 1)実験装置のCFD解析 2)長尺膜(1m長膜)モジュールの解析を実施	○	▶容器構造の最適化

事業原簿 Ⅲ-2.3.2-8 事業原簿 Ⅲ-2.3.3-5

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

公開

研究項目	目標項目	中間目標	現時点での達成度	達成度	今後の課題
研究開発項目③:モジュール化技術の開発					
膜分離解析モデル・シミュレーター開発 (千代田化工)	膜モジュールシミュレーター開発	管状型膜モジュールシミュレーターを開発	・モジュール内流動状態のモデル化 ・流動解析への膜分離モデルの組み込みを実施	○	▶モジュールテストデータによる合わせ込み

◎優れた結果が得られた

○順調に進捗しており、23年度中に中間目標達成見込み

△23年度開始であるが、23年度中に中間目標は達成見込み

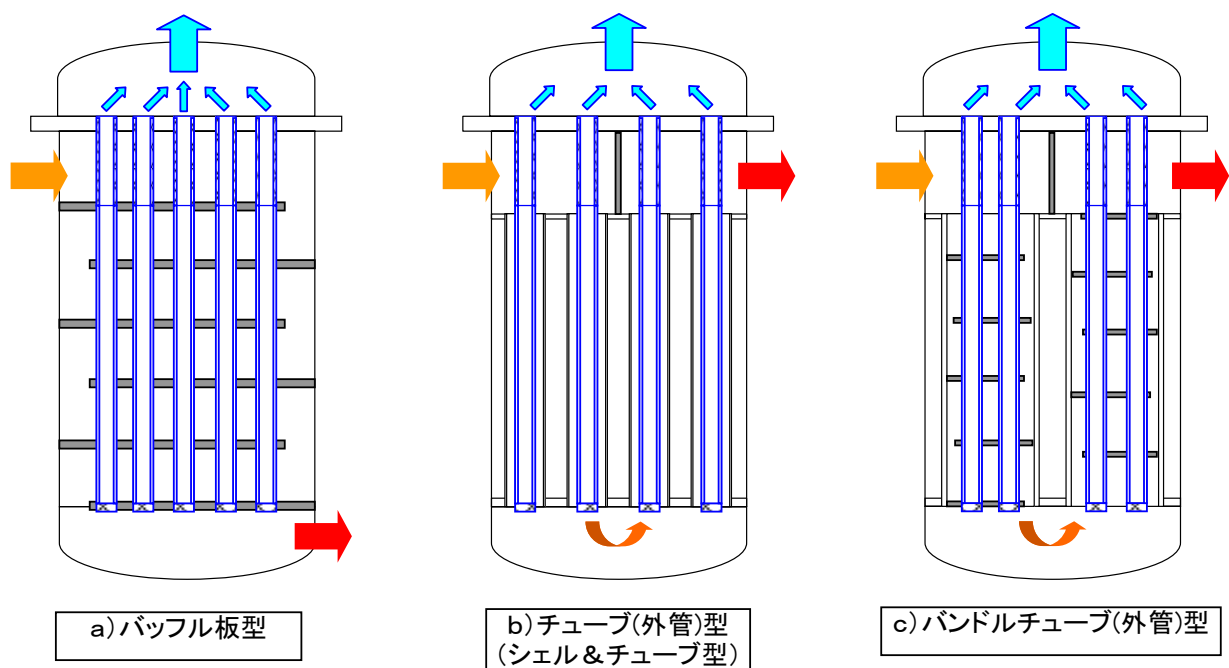
2. 研究開発項目ごとの内容と成果

研究開発項目③ 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）
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）

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

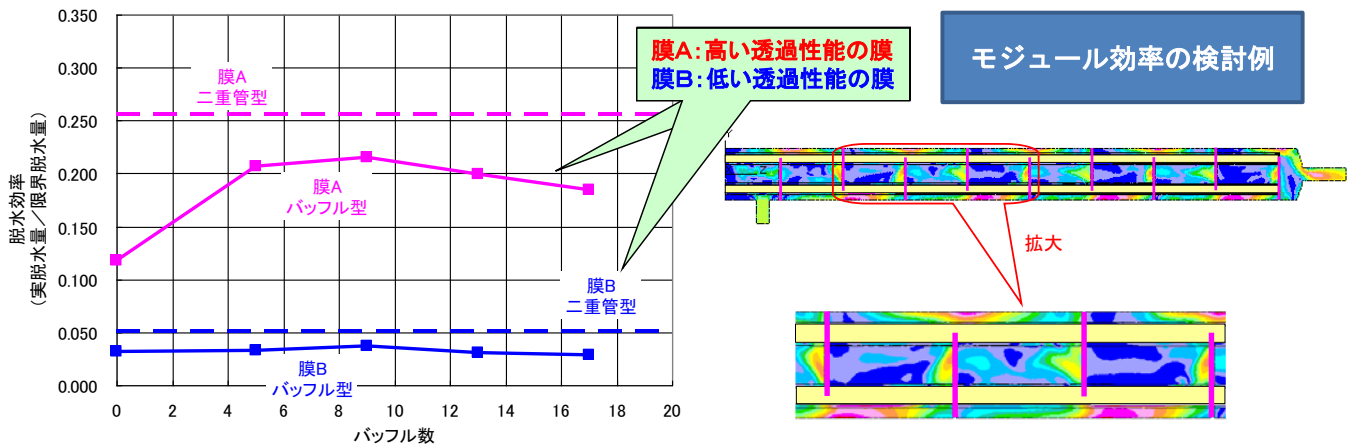
研究開発項目③ (1)分離膜モジュールの開発 （日立造船 一体型膜エレメント）



種々のモジュール方式

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

研究開発項目③-(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)



【結果と考察】

- 二重管型の透過性能はバッフル型の性能より高い
⇒Re数の向上による濃度分極低減の効果
⇒高透過性の膜と低透過性の膜でモジュール構造に対する性能発揮効果に相違
- バッフル板の枚数によって、性能の極大点が存在する
⇒バッフル枚数増加に伴うRe数増加と、圧力損失増大及び有効面積縮小とのトレードオフ

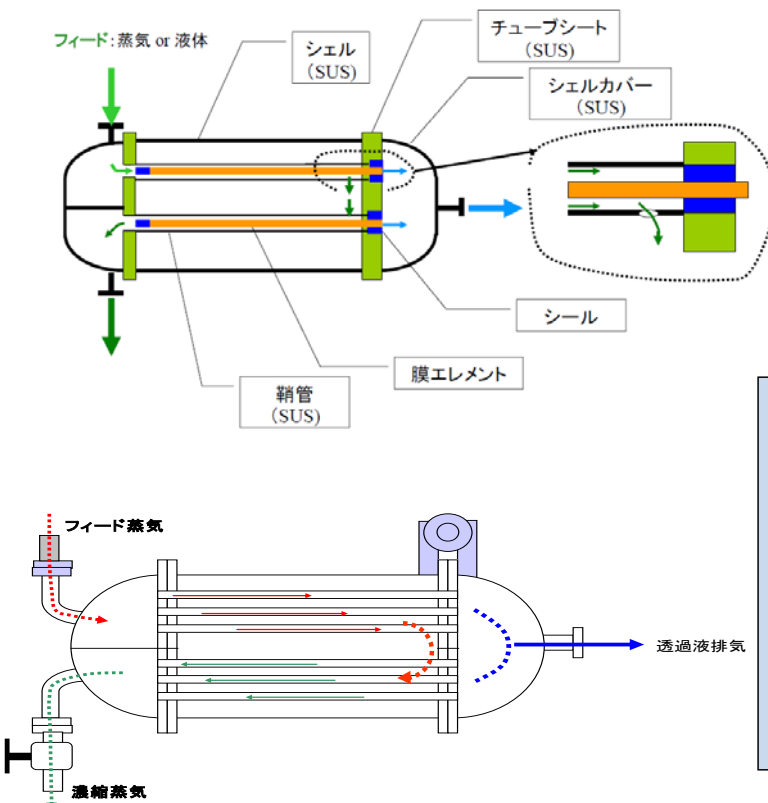
【方針】

- 高透過性能の膜には、二重管型を採用
- 低透過性能の膜には、二重管型/バッフル型の両方

事業原簿 Ⅲ-2.3.1-17~20

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

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)



シェルアンドチューブ型特色

- シェル内は一本膜エレメント評価と同じ環境にあり、高いRe数が出ることから、高いモジュール効率ができる。
- 膜エレメント本数増加は、単純な単一エレメント加算で計算できる
- 性能劣化膜の交換はきわめて容易
- 缶体価格がバッフル型に比べ、高価

【実施事項概要】

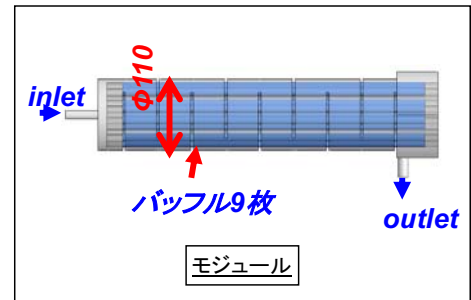
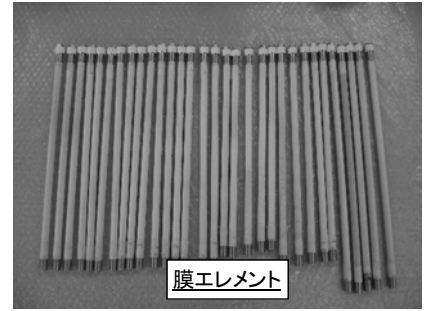
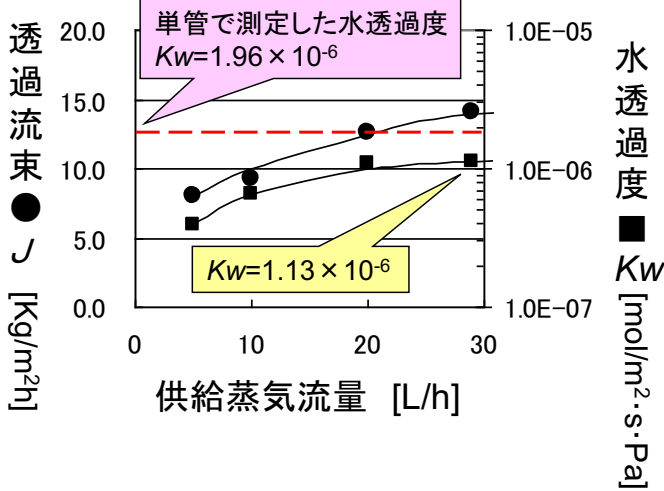
- (1)長尺一本膜エレメントによる膜特性の把握
- (2)既存バッフル型、シェルアンドチューブ型モジュールの流体解析による効率解析
- (3)モジュール構造改良余地箇所の推定と改良
- (4)モジュール缶体の安価化

事業原簿 Ⅲ-2.3.1-23~28

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

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)

供給液濃度: IPA/水=77/23 (wt%)
供給蒸気量: 5~29L/h
130°C、VP

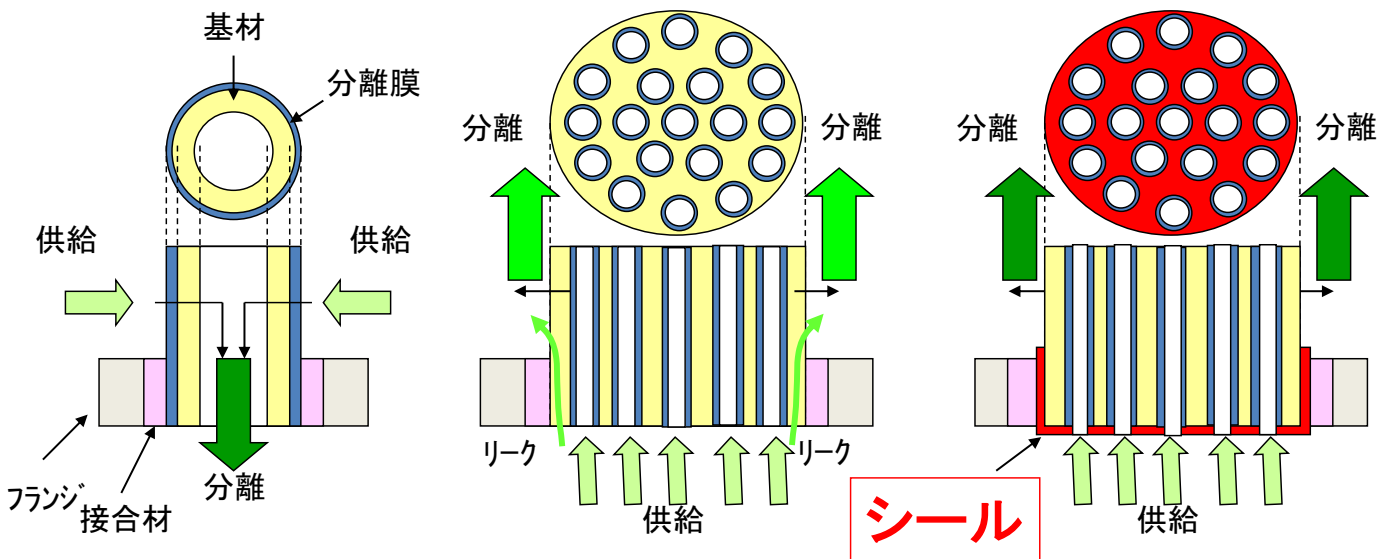


供給流速 29L/hにすることにより、バッフル型モジュールで効率58%を達成
[モジュール効率 = Kw(モジュール) / Kw(短管)]

高含水条件でモジュール効率を測定した初めての例

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

研究開発項目③ (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)、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

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

公開

研究項目	目標項目	中間目標	現時点での達成度	達成度	今後の課題
研究開発項目④：試作材の実証的評価技術の開発					
実環境評価検討 （早稲田大学） （JXエネルギー）	実環境評価装置の設置場所、法対応、日程の検討	実環境評価装置の設置場所の確保、法対応、日程の確定	実環境評価装置の設置場所を確保完了。法対応を確認完了。試験開始を2012年10月に決定。	○	▶実環境評価試験の運転データ閲覧システムの構築方法
	プラント枝出し箇所の検討	プラントの枝出し箇所の確定	プラントの枝だし箇所を決定。		
	実環境評価装置の設計	インターロックシステムを含めた実証装置フロー、サイズの確定	フローの大枠を策定。詳細フローを検討中。		
研究開発項目④：試作材の実証的評価技術の開発					
実環境評価検討 （千代田化工）	対象となるIPAの蒸留分離装置のシミュレーションモデル作成・現状運転のトレース		③-2-4(2)の結果を活用して第一次検討を実施	○	▶分離試験で想定するプロセスモデルの構築
	分離試験で想定する蒸留塔+膜分離モジュールのプロセスシミュレーション準備		③-2-4(2)の実施を通して予備検討を実施	○	

◎優れた結果が得られた

○順調に進捗しており、23年度中に中間目標達成見込み

△23年度開始であるが、23年度中に中間目標は達成見込み

事業原簿 Ⅲ-2.4.1-30

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

公開

研究項目	目標項目	中間目標	現時点での達成度	達成度	今後の課題
研究開発項目④：試作材の実証的評価技術の開発					
プロセスシミュレーターの開発 （千代田化工）	酢酸とIPAを対象とした蒸留+膜分離モジュールを組み合わせたプロセスシミュレーターの開発		開発完了	◎	▶酢酸の脱水システム検討 ▶最適プロセスの面からの膜分離への要求性能の検討
	酢酸とIPAの蒸留分離システムとのエネルギー効率、コスト比較システムの開発		想定データを用いてエネルギー効率等の比較検討を実施し、開発システムの基本を作成	○	

◎優れた結果が得られた

○順調に進捗しており、23年度中に中間目標達成見込み

△23年度開始であるが、23年度中に中間目標は達成見込み

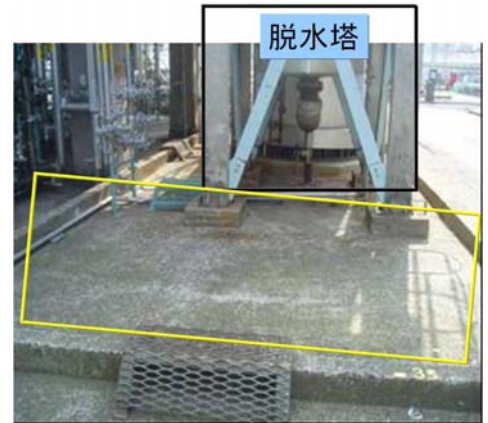
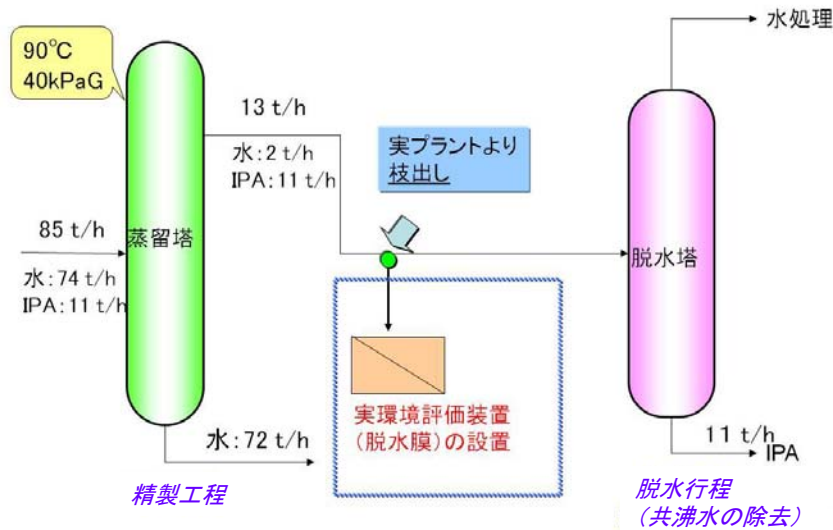
事業原簿 Ⅲ-2.4.2-18

2. 研究開発項目ごとの内容と成果 研究開発項目④

公開

試作材の実環境評価技術の開発(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

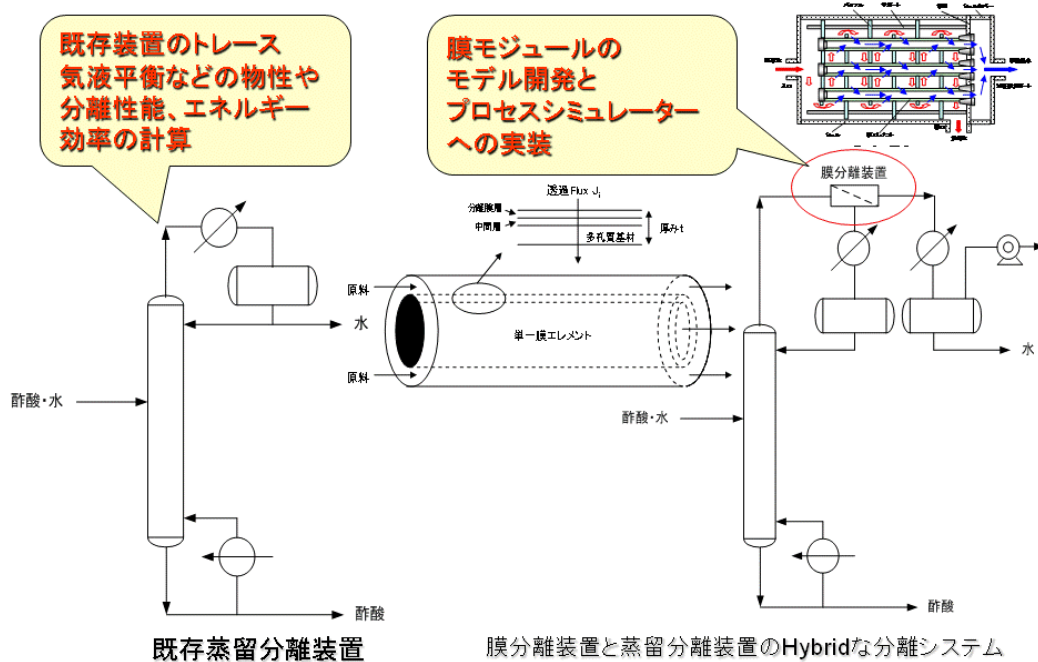
実環境下試験の準備順調に進捗。世界初の石油化学工場における脱水膜の性能試験をH24に実施。

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

公開

研究開発項目④ 試作材の実環境評価技術の開発

(1)実環境評価検討 (2)プロセスシミュレーターの開発 (千代田化工)



既存蒸留プロセスと膜分離モジュールを組み合わせたHybridなプロセスの比較検討

2. 研究開発項目ごとの内容と成果

研究開発項目④ 試作材の実環境評価技術の開発(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 加圧蒸留	Case4 常圧ストリッパ	Case5 コプロ蒸留
塔頂IPA濃縮度		85wt%	65wt%	85wt%
リボイラー熱量 (10 ⁶ kcal/h)	14.03	10.05	4.32	1.70
圧縮機動力 (10 ⁶ kcal/h)	-	-	0.62	1.19
総投入熱量 (10 ⁶ kcal/h)	14.03	10.05	4.94	2.89
Baseに対する 総投入熱量比	1.00	0.72	0.35	0.21
膜面積(m ²)	-	177.8	234.6	171.1
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

3. 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

4. 知的財産、成果の普及

論文、特許、口頭発表、その他

論文および国際学会予稿集	25報
特許	6件
口頭発表	75件(内招待講演 国外7件、国内7件)
新聞・雑誌記事	4件

5. 最終目標達成に向けての今後の課題

開発項目③-2-1 分離膜製造基盤技術および分離膜評価技術の開発

IPA脱水膜： Y型、ZSM-5型、モルデナイト型、チャバサイト型(三菱化学)膜を開発

酢酸脱水膜： MOR膜が著しく高い水選択性発揮

主な課題： 合理的合成手法・条件の確立による高性能化、長尺化、構造評価手法確立

開発項目③-2-2 分離膜用セラミックス多孔質基材の開発

気孔率、表面性質制御法の開発

主な課題： ゼオライト膜合成用基材の最適化、マルチチャンネル化

開発項目③-2-3 モジュール化技術の開発

モジュール設計の基礎的検討途中

主な課題： モジュール構造の最適化、シール技術の開発

開発項目③-2-4 試作材の実環境評価技術の開発

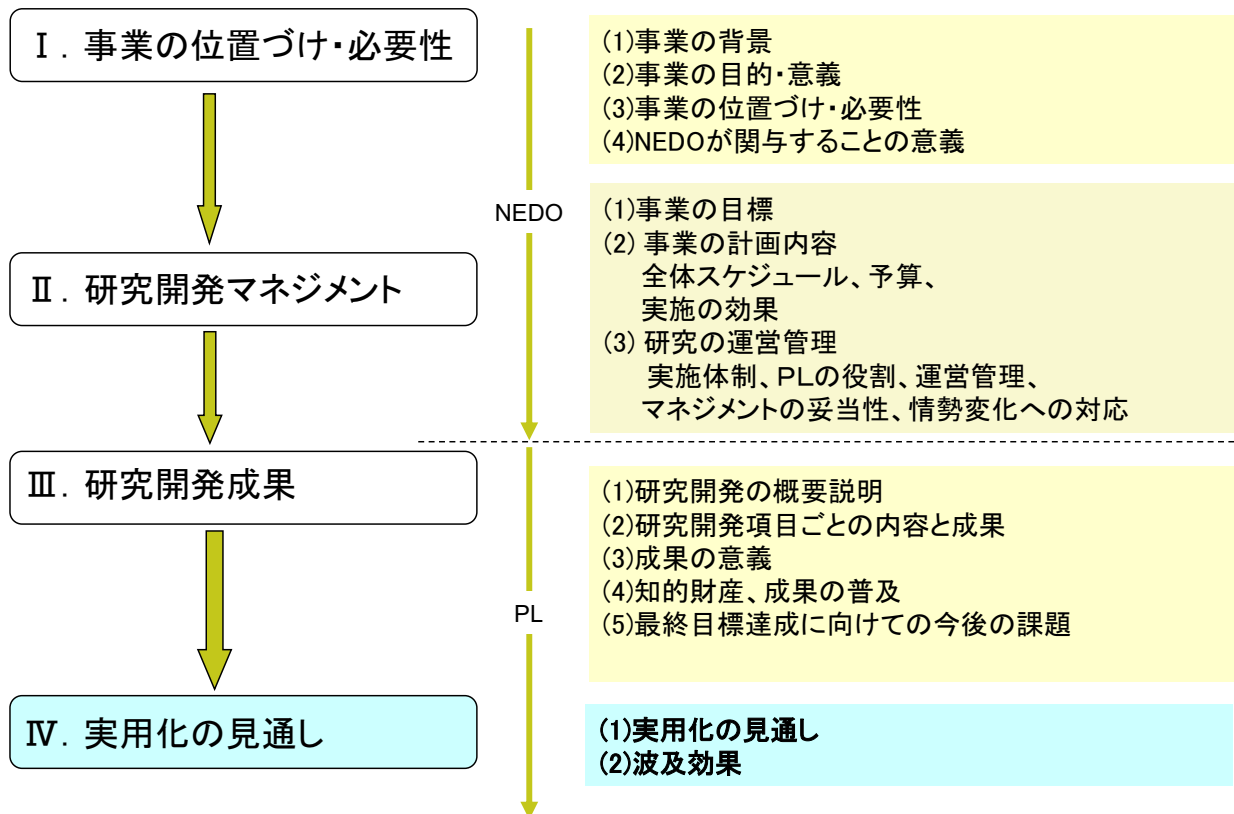
蒸留と膜のハイブリッドによる大規模省エネ確認

実環境下試験のための計画具体化

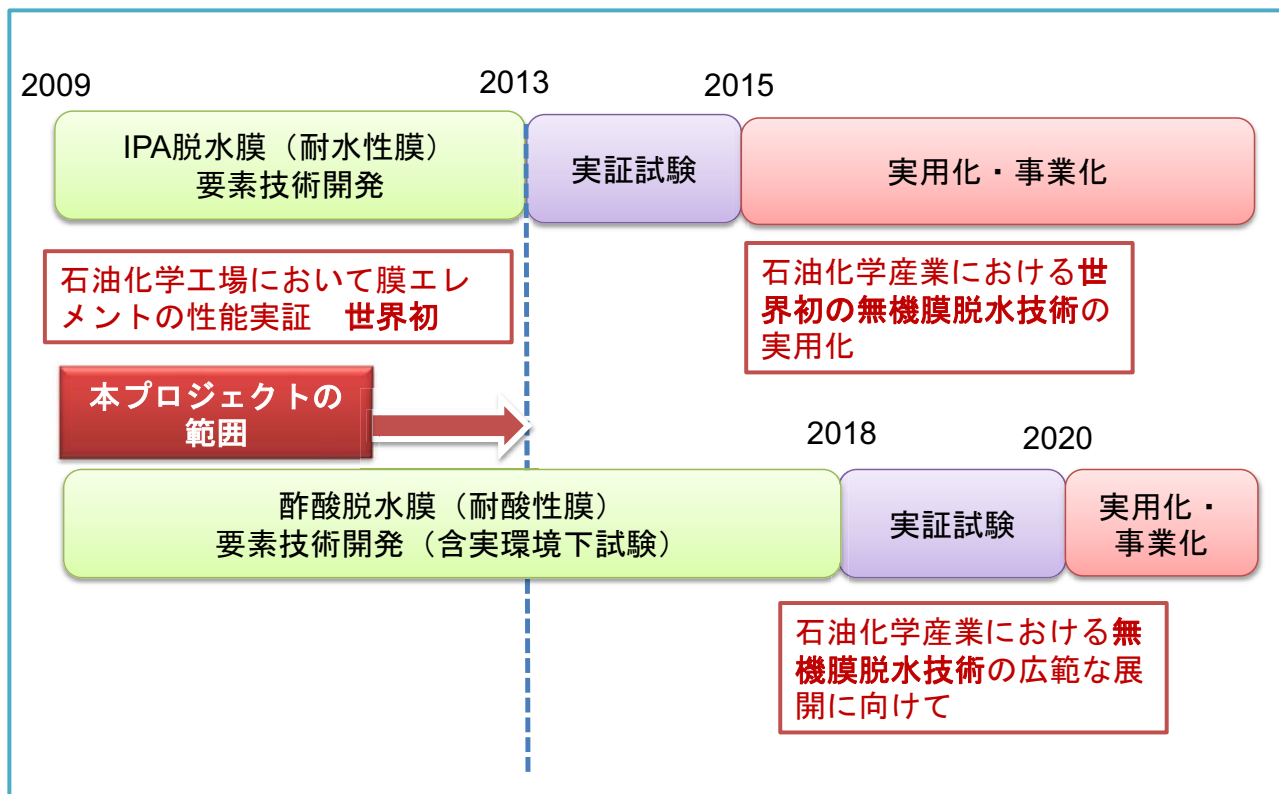
主な課題： 酢酸脱水プロセスの検討、実環境下試験用装置・設備の準備

概要説明 報告の流れ

公開

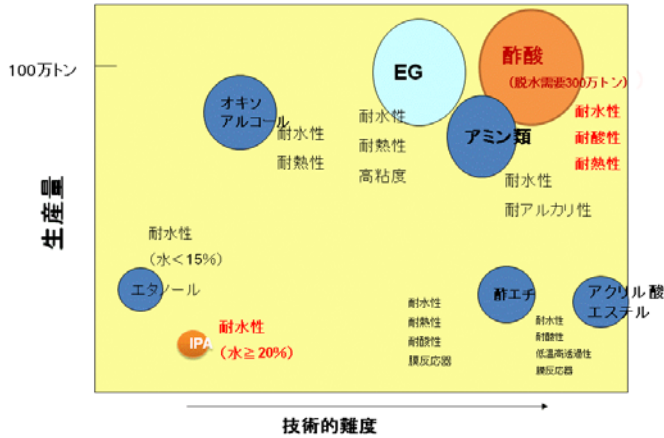
1. 実用化の見通し
(実用化までのロードマップ)

公開

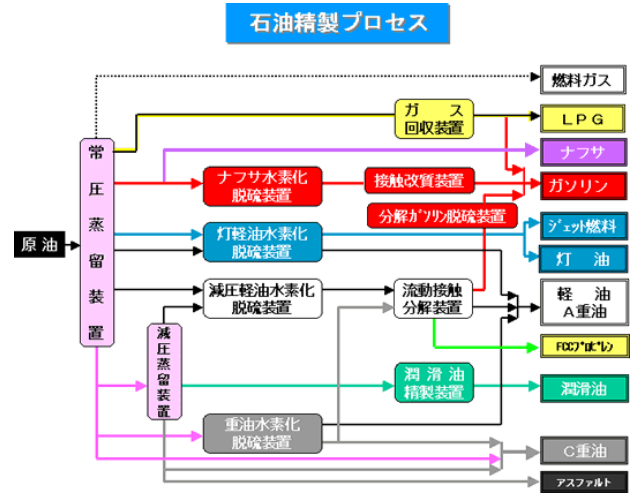


2. 波及効果

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