

(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2007-90140

(P2007-90140A)

(43) 公開日 平成19年4月12日(2007.4.12)

(51) Int. Cl.		F I		テーマコード (参考)
BO1D 69/12	(2006.01)	BO1D	69/12	4D006
BO1D 71/56	(2006.01)	BO1D	71/56	4F074
CO8J 9/42	(2006.01)	CO8J	9/42	CEZ

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2005-279593 (P2005-279593)	(71) 出願人	000003964 日東電工株式会社 大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号
(22) 出願日	平成17年9月27日 (2005.9.27)	(74) 代理人	100092266 弁理士 鈴木 崇生
		(74) 代理人	100104422 弁理士 梶崎 弘一
		(74) 代理人	100105717 弁理士 尾崎 雄三
		(74) 代理人	100104101 弁理士 谷口 俊彦
		(72) 発明者	林 修 大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電工株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 乾燥複合半透膜の製造方法

(57) 【要約】

【課題】アルカリ洗浄液に対する耐性が高く、膜洗浄の前後において透過流束及び塩阻止率の変化が少ない乾燥複合半透膜の製造方法を提供する。また、該製造方法によって得られる乾燥複合半透膜を提供する。

【解決手段】多官能アミン成分と多官能酸ハライド成分とを反応させてなるポリアミド系樹脂を含む未乾燥スキン層を多孔性支持体の表面に形成する工程、該未乾燥スキン層をジアミン化合物を含有する水溶液に接触させる接触処理工程、及び接触処理工程後に未乾燥スキン層を乾燥する工程を含む乾燥複合半透膜の製造方法。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

多官能アミン成分と多官能酸ハライド成分とを反応させてなるポリアミド系樹脂を含む未乾燥スキン層を多孔性支持体の表面に形成する工程、該未乾燥スキン層をジアミン化合物を含有する水溶液に接触させる接触処理工程、及び接触処理工程後に未乾燥スキン層を乾燥する工程を含む乾燥複合半透膜の製造方法。

【請求項 2】

前記ジアミン化合物は、芳香族系又は脂肪族系である請求項 1 記載の乾燥複合半透膜の製造方法。

【請求項 3】

前記ジアミン化合物は、総炭素数が 8 以下である請求項 1 又は 2 記載の乾燥複合半透膜の製造方法。

10

【請求項 4】

前記水溶液中のジアミン化合物の含有量が、20 重量%以下である請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の乾燥複合半透膜の製造方法。

【請求項 5】

接触処理における接触時間が 1 ~ 30 秒である請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の乾燥複合半透膜の製造方法。

【請求項 6】

請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の製造方法によって得られる乾燥複合半透膜。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリアミド系樹脂を含むスキン層とこれを支持する多孔性支持体とからなる複合半透膜の製造方法に関する。かかる複合半透膜は、超純水の製造、かん水または海水の脱塩などに好適であり、また染色排水や電着塗料排水などの公害発生原因である汚れなどから、その中に含まれる汚染源あるいは有効物質を除去・回収し、排水のクローズ化に寄与することができる。また、食品用途などで有効成分の濃縮、浄水や下水用途等での有害成分の除去などの高度処理に用いることができる。

【背景技術】

30

【0002】

従来より、多孔性支持体上に実質的に選択分離性を有する薄膜を形成してなる複合半透膜が知られている。このような複合半透膜としては、多官能芳香族アミンと多官能芳香族酸ハロゲン化物との界面重合によって得られるポリアミドからなるスキン層が支持体上に形成されたものが知られている（特許文献 1 ~ 4）。前記複合半透膜は、高い脱塩性能と透水性能を有しており、イオン性物質に対しては高い阻止性能を有しているが、透過水量が低く、さらに高い透過流束化が望まれていた。

【0003】

前記高透過流束化を目的として、薄膜にアミン塩を添加する技術が開示されている（特許文献 5）。作製した複合半透膜は、その後の加工性や保存性等の観点から乾燥複合半透膜とすることが望まれる。しかしながら、特許文献 5 に記載の方法では、薄膜を乾燥させるとアミン塩を形成するアミンが蒸発して、乾燥前に比べて塩阻止性能や透過流束が低下したり、化学洗浄剤に対する耐久性が低下するという問題があった。

40

【0004】

また、ホウ素の阻止性能向上を目的として、乾燥処理後の複合半透膜を熱水処理する技術が開示されている（特許文献 6）。また、膜の溶質排除性能の向上、透水性能の向上を目的として、乾燥処理後の複合半透膜を炭酸ナトリウムなどのアルカリ水溶液、熱水、又は塩素含有水溶液に接触させる技術が開示されている（特許文献 7）。

【0005】

また、複合半透膜を使用し続けると徐々に膜が汚染されるため、アルカリ水溶液を用い

50

て膜洗浄する必要がある。しかし、従来の複合半透膜は、膜洗浄を繰り返すと次第に透過流束が増加したり、塩阻止性能が低下するという問題があった。透過流束が大幅に増加すると実際の造水運転において圧力を下げる必要があるため、操作が煩雑になったり、塩阻止率が低下する傾向にある。したがって、膜洗浄の前後において透過流束及び塩阻止率の変化が少ない複合半透膜が望まれていた。

【0006】

【特許文献1】特開昭55-147106号公報

【特許文献2】特開昭62-121603号公報

【特許文献3】特開昭63-218208号公報

【特許文献4】特開2001-79372号公報

10

【特許文献5】特公平6-73617号公報

【特許文献6】特開平11-19493号公報

【特許文献7】特開2002-177750号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明の目的は、アルカリ洗浄液に対する耐性が高く、膜洗浄の前後において透過流束及び塩阻止率の変化が少ない乾燥複合半透膜の製造方法を提供することにある。また、該製造方法によって得られる乾燥複合半透膜を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

20

【0008】

本発明者らは、上記目的を達成すべく鋭意検討を重ねた結果、下記方法によりアルカリ洗浄液に対する耐性が高く、膜洗浄の前後において透過流束及び塩阻止率の変化が少ない乾燥複合半透膜を製造することができることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0009】

すなわち、本発明は、多官能アミン成分と多官能酸ハライド成分とを反応させてなるポリアミド系樹脂を含む未乾燥スキン層を多孔性支持体の表面に形成する工程、該未乾燥スキン層をジアミン化合物を含有する水溶液に接触させる接触処理工程、及び接触処理工程後に未乾燥スキン層を乾燥する工程を含む乾燥複合半透膜の製造方法、に関する。

【0010】

30

本発明の乾燥複合半透膜の製造方法は、未乾燥スキン層を多孔性支持体の表面に形成した後、スキン層が乾燥しないうちに直ちにジアミン化合物を含有する水溶液に接触させることを特徴とする。該ジアミン化合物は、未乾燥スキン層の表面又は内部でポリアミド系樹脂に吸着したり、未反応の多官能酸ハライド成分と反応してアミド結合を形成すると考えられる。その結果、未反応の多官能酸ハライド成分と多官能アミン成分との過剰反応が抑制されてアルカリ洗浄液に対する耐性が高くなり、透過流束の増加や塩阻止率の低下が抑制されたと考えられる。

【0011】

本発明においては、前記ジアミン化合物は、芳香族系又は脂肪族系であることが好ましい。芳香族系又は脂肪族系ジアミン化合物を用いることにより、アルカリ洗浄液に対する耐性がより高くなる。

40

【0012】

また、前記ジアミン化合物は、総炭素数が8以下であることが好ましい。総炭素数が8を超える場合には、塩阻止率や透過流束が大幅に低下する傾向にある。

【0013】

また、前記水溶液中のジアミン化合物の含有量は、20重量%以下であることが好ましい。含有量が20重量%を超える場合には、塩阻止率や透過流束が大幅に低下する傾向にある。

【0014】

また、本発明においては、前記接触処理における接触時間が1～30秒であることが好

50

ましい。接触時間が1秒未満の場合には目的とする効果が十分に得られず、30秒を超える場合には塩阻止率が低下する傾向にある。

【0015】

さらに本発明は、前記製造方法によって得られる乾燥複合半透膜、に関する。

【0016】

本発明の乾燥複合半透膜は、下記式で表される透過水量変化指数が、1.5以下であることが好ましい。

$$\text{透過水量変化指数} = \{ \text{Flax}(a) / \text{Flax}(A) \}$$

Flax(A)：乾燥複合半透膜を用いて透過試験を行った際の透過流束値。

Flax(a)：上記透過試験後の乾燥複合半透膜をアルカリ洗浄液に浸漬し、さらに超純水で膜洗浄した後に上記と同様の方法で透過試験を行った際の透過流束値。

【発明を実施するための最良の形態】

【0017】

以下、本発明の実施の形態について説明する。本発明の乾燥複合半透膜の製造方法は、多官能アミン成分と多官能酸ハライド成分とを反応させてなるポリアミド系樹脂を含む未乾燥スキン層を多孔性支持体の表面に形成する工程、該未乾燥スキン層をジアミン化合物を含有する水溶液に接触させる接触処理工程、及び接触処理工程後に未乾燥スキン層を乾燥する工程を含む。

【0018】

多官能アミン成分とは、2以上の反応性アミノ基を有する多官能アミンであり、芳香族、脂肪族及び脂環式の多官能アミンが挙げられる。

【0019】

芳香族多官能アミンとしては、例えば、m-フェニレンジアミン、p-フェニレンジアミン、o-フェニレンジアミン、1,3,5-トリアミノベンゼン、1,2,4-トリアミノベンゼン、3,5-ジアミノ安息香酸、2,4-ジアミノトルエン、2,6-ジアミノトルエン、N,N'-ジメチル-m-フェニレンジアミン、2,4-ジアミノアニソール、アミドール、キシリレンジアミン等が挙げられる。

【0020】

脂肪族多官能アミンとしては、例えば、エチレンジアミン、プロピレンジアミン、トリス(2-アミノエチル)アミン、N-フェニル-エチレンジアミン等が挙げられる。

【0021】

脂環式多官能アミンとしては、例えば、1,3-ジアミノシクロヘキサン、1,2-ジアミノシクロヘキサン、1,4-ジアミノシクロヘキサン、ピペラジン、2,5-ジメチルピペラジン、4-アミノメチルピペラジン等が挙げられる。

【0022】

これらの多官能アミンは1種で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。高塩阻止性能のスキン層を得るためには、芳香族多官能アミンを用いることが好ましい。

【0023】

多官能酸ハライド成分とは、反応性カルボニル基を2個以上有する多官能酸ハライドである。

【0024】

多官能酸ハライドとしては、芳香族、脂肪族及び脂環式の多官能酸ハライドが挙げられる。

【0025】

芳香族多官能酸ハライドとしては、例えば、トリメシン酸トリクロライド、テレフタル酸ジクロライド、イソフタル酸ジクロライド、ピフェニルジカルボン酸ジクロライド、ナフタレンジカルボン酸ジクロライド、ベンゼントリスルホン酸トリクロライド、ベンゼンジスルホン酸ジクロライド、クロロスルホニルベンゼンジカルボン酸ジクロライド等が挙げられる。

【0026】

10

20

30

40

50

脂肪族多官能酸ハライドとしては、例えば、プロパンジカルボン酸ジクロライド、ブタンジカルボン酸ジクロライド、ペンタンジカルボン酸ジクロライド、プロパントリカルボン酸トリクロライド、ブタントリカルボン酸トリクロライド、ペンタントリカルボン酸トリクロライド、グルタルハライド、アジポイルハライド等が挙げられる。

【0027】

脂環式多官能酸ハライドとしては、例えば、シクロプロパントリカルボン酸トリクロライド、シクロブタンテトラカルボン酸テトラクロライド、シクロペンタントリカルボン酸トリクロライド、シクロペンタンテトラカルボン酸テトラクロライド、シクロヘキサントリカルボン酸トリクロライド、テトラヒドロフランテトラカルボン酸テトラクロライド、シクロペンタンジカルボン酸ジクロライド、シクロブタンジカルボン酸ジクロライド、シクロヘキサジカルボン酸ジクロライド、テトラヒドロフランジカルボン酸ジクロライド等が挙げられる。

10

【0028】

これら多官能酸ハライドは1種で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。高塩阻止性能のスキン層を得るためには、芳香族多官能酸ハライドを用いることが好ましい。また、多官能酸ハライド成分の少なくとも一部に3価以上の多官能酸ハライドを用いて、架橋構造を形成するのが好ましい。

【0029】

ポリアミド系樹脂を含むスキン層の性能を向上させるために、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリル酸などのポリマー、ソルビトール、グリセリンなどの多価アルコールなどを共重合させてもよい。

20

【0030】

スキン層を支持する多孔性支持体は、スキン層を支持しうるものであれば特に限定されず、通常平均孔径10～500程度の微孔を有する限外濾過膜が好ましく用いられる。多孔性支持体の形成材料としては、例えば、ポリスルホン、ポリエーテルスルホンのようなポリアリールエーテルスルホン、ポリイミド、ポリフッ化ビニリデンなど種々のものをあげることができるが、特に化学的、機械的、熱的に安定である点からポリスルホン、ポリアリールエーテルスルホンが好ましく用いられる。かかる多孔性支持体の厚さは、通常約25～125 μm 、好ましくは約40～75 μm であるが、必ずしもこれらに限定されるものではない。なお、多孔性支持体は織布、不織布等による裏打ちにて補強されてい

30

【0031】

ポリアミド系樹脂を含む未乾燥スキン層を多孔性支持体の表面に形成する方法は特に制限されず、あらゆる公知の手法を用いることができる。例えば、界面縮合法、相分離法、薄膜塗布法などが挙げられる。界面縮合法とは、具体的に、多官能アミン成分を含有するアミン水溶液と、多官能酸ハライド成分を含有する有機溶液とを接触させて界面重合させることにより未乾燥スキン層を形成し、該スキン層を多孔性支持体上に載置する方法や、多孔性支持体上での前記界面重合によりポリアミド系樹脂の未乾燥スキン層を多孔性支持体上に直接形成する方法である。かかる界面縮合法の条件等の詳細は、特開昭58-24303号公報、特開平1-180208号公報等に記載されており、それらの公知技術を適宜採用することができる。

40

【0032】

本発明においては、多官能アミン成分を含むアミン水溶液からなる水溶液被覆層を多孔性支持体上に形成し、次いで多官能酸ハライド成分を含有する有機溶液と水溶液被覆層とを接触させて界面重合させることにより未乾燥スキン層を形成する方法が好ましい。

【0033】

前記界面縮合法において、アミン水溶液中の多官能アミン成分の濃度は特に制限されないが、0.1～5重量%であることが好ましく、さらに好ましくは0.5～2重量%である。多官能アミン成分の濃度が0.1重量%未満の場合にはスキン層にピンホール等の欠陥が生じやすくなり、また塩阻止性能が低下する傾向にある。一方、多官能アミン成分の

50

濃度が5重量%を超える場合には、多官能アミン成分が多孔性支持体中に浸透しやすくなったり、膜厚が厚くなりすぎて透過抵抗が大きくなって透過流束が低下する傾向にある。

【0034】

前記有機溶液中の多官能酸ハライド成分の濃度は特に制限されないが、0.01~5重量%であることが好ましく、さらに好ましくは0.05~3重量%である。多官能酸ハライド成分の濃度が0.01重量%未満の場合には、未反応多官能アミン成分が残留しやすくなったり、スキン層にピンホール等の欠陥が生じやすくなって塩阻止性能が低下する傾向にある。一方、多官能酸ハライド成分の濃度が5重量%を超える場合には、未反応多官能酸ハライド成分が残留しやすくなったり、膜厚が厚くなりすぎて透過抵抗が大きくなり、透過流束が低下する傾向にある。

10

【0035】

前記有機溶液に用いられる有機溶媒としては、水に対する溶解度が低く、多孔性支持体を劣化させず、多官能酸ハライド成分を溶解するものであれば特に限定されず、例えば、シクロヘキサン、ヘプタン、オクタン、及びノナン等の飽和炭化水素、1,1,2-トリクロロトリフルオロエタン等のハロゲン置換炭化水素などを挙げることができる。好ましくは沸点が300以下、さらに好ましくは沸点が200以下の飽和炭化水素である。

【0036】

前記アミン水溶液や有機溶液には、製膜を容易にしたり、得られる複合半透膜の性能を向上させるための目的で各種の添加剤を加えることができる。前記添加剤としては、例えば、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシル硫酸ナトリウム、及びラウリル硫酸ナトリウム等の界面活性剤、重合により生成するハロゲン化水素を除去する水酸化ナトリウム、リン酸三ナトリウム、及びトリエチルアミン等の塩基性化合物、アシル化触媒、特開平8-224452号公報記載の溶解度パラメータが $8 \sim 14 (\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2}$ の化合物などが挙げられる。

20

【0037】

本発明の製造方法においては、上記方法により未乾燥スキン層を多孔性支持体の表面に形成した後、スキン層が乾燥しないうちに直ちにジアミン化合物を含有する水溶液に接触させることが必要である。

【0038】

前記ジアミン化合物は、水溶性のものであれば特に制限されず、芳香族系、脂肪族系又は脂環族系のいずれでもよい。

30

【0039】

芳香族系ジアミン化合物としては、例えば、m-フェニレンジアミン、p-フェニレンジアミン、o-フェニレンジアミン、3,5-ジアミノ安息香酸、2,4-ジアミノトルエン、2,6-ジアミノトルエン、N,N'-ジメチル-m-フェニレンジアミン、2,4-ジアミノアニソール、及びキシリレンジアミンなどが挙げられる。

【0040】

脂肪族系ジアミン化合物としては、例えば、エチレンジアミン、プロピレンジアミン、ブチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、及びN-フェニル-エチレンジアミンなどが挙げられる。

40

【0041】

脂環族系ジアミン化合物としては、例えば、1,3-ジアミノシクロヘキサン、1,2-ジアミノシクロヘキサン、1,4-ジアミノシクロヘキサン、ピペラジン、及び2,5-ジメチルピペラジンなどが挙げられる。

【0042】

上記のうち、芳香族系又は脂肪族系のジアミン化合物を用いることが好ましい。また、前記ジアミン化合物は、総炭素数が8以下であることが好ましく、より好ましくは4以下である。

【0043】

水溶液中のジアミン化合物の濃度は特に制限されないが、20重量%以下であることが

50

好ましく、より好ましくは10重量%以下である。

【0044】

未乾燥スキン層に前記水溶液を接触させる方法としては浸漬、加圧通水、噴霧、塗布、シャワーなどあらゆる方法が例示されるが、接触による十分な効果を付与せしめるためには浸漬や加圧通水が好ましい。

【0045】

接触時間は任意の時間を設定することができるが、1～30秒であることが好ましく、より好ましくは2～20秒、特に好ましくは2～10秒である。接触温度は前記水溶液が液体として存在する温度範囲であれば特に制限されないが、透過流束の向上効果、膜の劣化防止の観点、及び取り扱いの容易さ等から10～90であることが好ましく、さらに好ましくは10～60、特に好ましくは10～45である。 10

【0046】

加圧通水法で前記水溶液の接触をおこなう際に、かかる水溶液を半透膜に供する圧力については半透膜及び圧力付与のための部材や設備の物理的強度の許容する範囲において何ら制限はないが、0.1～10MPaで行うことが好ましく、さらに好ましくは1.5～7.5MPaである。0.1MPa未満の場合には、求める効果を得ようとするとき接触時間が長くなる傾向にあり、10MPaを超える場合には、圧密化により透過流束が低下する傾向にある。

【0047】

本発明においては、上記方法で接触処理した未乾燥スキン層を乾燥して、乾燥複合半透膜を作製する。本発明の乾燥複合半透膜は、乾燥タイプであるため加工性や保存性に優れている。 20

【0048】

乾燥処理を行う際に、半透膜はその形状になんら制限を受けるものではない。すなわち平膜状、あるいはスパイラル状など、考えられるあらゆる膜形状において乾燥処理を施すことが可能である。例えば、半透膜をスパイラル状に加工して膜ユニットを作製し、該膜ユニットを乾燥してドライスパイラルエレメントを作製してもよい。

【0049】

乾燥処理を行う際の温度は特に制限されないが、50～150であることが好ましく、より好ましくは80～130である。50未満の場合には、乾燥処理に時間がかかりすぎたり乾燥が不十分となり、150を超える場合には、熱による膜の構造変化により膜性能が低下する傾向にある。 30

【0050】

乾燥処理を行う際の時間は特に制限されないが、半透膜中の溶媒量が5重量%以下になるまで乾燥することが好ましい。

【0051】

多孔性支持体上に形成したスキン層の厚みは特に制限されないが、通常0.05～2μm程度であり、好ましくは、0.1～1μmである。

【0052】

また、乾燥複合半透膜やドライスパイラルエレメントの塩阻止性、透水性、及び耐酸化剤性等を向上させるために、従来公知の各種処理を施してもよい。 40

【実施例】

【0053】

以下に実施例をあげて本発明を説明するが、本発明はこれら実施例によりなんら限定されるものではない。

【0054】

製造例1

(多孔性支持体の作製)

ポリスルホン(Solvay社製、P-3500)18重量%をN,N-ジメチルホルムアミド(DMF)に溶解した製膜ドープを不織布基材上にウエット厚み200μmで均 50

一に塗布した。その後、すぐに40～50 の水中に浸漬させることにより凝固させ、かつ溶媒であるDMFを完全に抽出洗浄することによって、不織布基材上にポリスルホン微多孔層を有する多孔性支持体を作製した。

【0055】

実施例1

m-フェニレンジアミン3重量%、ラウリル硫酸ナトリウム0.15重量%、トリエチルアミン2.6重量%、ベンゼンスルホン酸6重量%、及びイソプロピルアルコール20重量%を含有するアミン水溶液を前記多孔性支持体上に塗布し、その後余分なアミン水溶液をワイピング除去することにより水溶液被覆層を形成した。次に、前記水溶液被覆層の表面にトリメチン酸クロライド0.2重量%を含有するイソオクタン溶液を塗布し、界面重合反応させて未乾燥スキン層を形成して複合半透膜を得た。その後、未乾燥スキン層が乾燥しないうちに直ちにエチレンジアミン1重量%を含有する水溶液(20)中に複合半透膜を10秒間浸漬した。その後、該複合半透膜を120 で2分間乾燥させることにより乾燥複合半透膜(1)を作製した。

10

【0056】

(透過流束及び塩阻止率の測定)

作製した乾燥複合半透膜(1)を所定の形状、サイズに切断し、平膜評価用のセルにセットする。1500mg/LのNaClを含みかつNaOHを用いてpH6.5に調整した水溶液(25)を膜の供給側と透過側に1.5MPaの差圧を与えて膜に接触させる。この操作によって得られた透過水の透過速度および電導度を測定し、透過流束($m^3 / m^2 \cdot d$)および塩阻止率(%)を算出した。塩阻止率は、NaCl濃度と水溶液電導度の相関(検量線)を事前に作成し、それらを用いて下式により算出した。透過試験の結果を表1に示す。

20

$$\text{塩阻止率}(\%) = \{1 - (\text{透過液中のNaCl濃度}[\text{mg/L}]) / (\text{供給液中のNaCl濃度}[\text{mg/L}])\} \times 100$$

【0057】

また、上記透過試験後に、乾燥複合半透膜(1)をアルカリ洗浄液(pH:13、NaOH:2重量%、50)中に96時間浸漬した。その後、乾燥複合半透膜(1)を超純水(20)中で60分間浸漬洗浄し、上記と同様の方法で再度透過試験を行った。透過試験の結果を表1に示す。

30

【0058】

実施例2

エチレンジアミン1重量%を含有する水溶液の代わりに、m-フェニレンジアミン1重量%を含有する水溶液(20)を用いた以外は、実施例1と同様の方法で乾燥複合半透膜(2)を作製し、実施例1と同様の方法で透過試験を行った。透過試験の結果を表1に示す。

【0059】

実施例3

エチレンジアミン1重量%を含有する水溶液の代わりに、1,4-ジアミノシクロヘキサン0.5重量%を含有する水溶液(20)を用いた以外は、実施例1と同様の方法で乾燥複合半透膜(3)を作製し、実施例1と同様の方法で透過試験を行った。透過試験の結果を表1に示す。

40

【0060】

比較例1

エチレンジアミン1重量%を含有する水溶液中に複合半透膜を浸漬しなかった以外は、実施例1と同様の方法で乾燥複合半透膜(4)を作製し、実施例1と同様の方法で透過試験を行った。透過試験の結果を表1に示す。

【0061】

比較例2

エチレンジアミン1重量%を含有する水溶液の代わりに、超純水(20)を用いた以

50

外は、実施例 1 と同様の方法で乾燥複合半透膜 (5) を作製し、実施例 1 と同様の方法で透過試験を行った。透過試験の結果を表 1 に示す。

【 0 0 6 2 】

【 表 1 】

	透過試験(アルカリ洗浄液浸漬前)		透過試験(アルカリ洗浄液浸漬後)		透過水量 変化指数
	塩阻止率 (%)	透過流束 ($m^3/m^2 \cdot d$)	塩阻止率 (%)	透過流束 ($m^3/m^2 \cdot d$)	
実施例 1	99.0	1.31	98.8	1.61	1.23
実施例 2	99.1	0.96	98.9	1.30	1.35
実施例 3	98.9	0.95	98.7	1.22	1.28
比較例 1	99.1	0.76	98.6	1.52	2.00
比較例 2	99.0	0.90	98.6	1.56	1.73

表 1 から明らかなように、ジアミン化合物を含有する水溶液で接触処理した後に未乾燥スキン層を乾燥することにより、アルカリ洗浄液に対する耐性が高く、膜洗浄の前後において透過流束及び塩阻止率の変化が少ない乾燥複合半透膜を得ることができる。

10

20

30

40

フロントページの続き

(72)発明者 新谷 卓司

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電工株式会社内

Fターム(参考) 4D006 GA03 KE30R MA03 MB06 MB12 MC54 MC55 NA41 NA45 NA46
NA50 NA64 PA01 PB03 PC02 PC41
4F074 AA87 AA97 CE65 CE98