

平成27年度革新的ものづくり産業創出連携促進事業
(戦略的基盤技術高度化支援事業)

「新しいモジュール構造による安価・長寿命で高性能な
水処理用セラミックフィルターの開発」

成果報告書

平成28年3月

委託者 中国経済産業局
委託先 公益財団法人やまぐち産業振興財団

【 目 次 】

第1章	1
1-1	研究開発の背景・研究目的及び目標
1-2	研究体制
1-3	研究概要
1-4	当該研究開発の連絡窓
第2章	8
1	セラミックフィルターの単管を高精度に成形・乾燥する技術の開発
1-1	バインダーの配合条件の検討
1-2	原料および配合
1-3	押出成形体の配合条件の検討
1-4	搬送・回転送風乾燥装置の開発
1-5	そりの測定
1-6	搬送・回転送風乾燥装置の開発（改良）
2	高精度に成形・乾燥した単管フィルターを一体のモジュールとして 焼成する技術の開発11
2-1	焼結材およびガラス材の融点測定
2-2	フィルターモジュールの作製
3	オールセラミック製のフィルターユニットの作成技術の開発13
3-1	封止用ガラスの物性測定
3-2	連続焼成炉による焼成条件の検討
3-3	評価試験
3-4	フィルターユニットの作成
3-5	ハウジングユニットの作製および評価
3-6	濾過性能測定
最終章	全体総括20

第1章 研究開発の概要

水道事業において、安全・安心な水を提供するため、長寿命・高品質・低コストのフィルターが要望されている。セラミックの単管フィルターを束にし、モジュール化して焼成する技術を開発し、逆洗浄の効率が高く長寿命で、圧力損失が少なく、低コストのオールセラミックフィルターを実現する。本フィルターは世界の水需要に対応でき、半導体産業、医薬等で使用する RO 処理水の前処理膜としても利用可能となる。

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

水道事業における長寿命・高品質・低コストのフィルターへの要望に応えるため、セラミックの単管フィルターを束にし、モジュール化した水処理用フィルターを開発する。セラミックフィルターの成形・乾燥の検討を行うことにより、単管フィルターの製造上の問題点である平均 2mm/m の変形（そり）の問題を解決する。さらに、高精度に成形・乾燥した単管フィルターを一体のモジュールとして焼成する技術の開発およびオールセラミック製のフィルターユニットの作製技術の開発を推し進める。研究目標は以下のとおりである。

<目標値>本研究開発期間で得られる最終目標は次のとおりである。

【全体】

開発テーマ	目標値
①セラミックフィルターの単管を高精度に成形・乾燥する技術の開発	成形技術の検討において、バインダー及び水分を原料に対して 25%以内に抑えること。さらに、φ5mm、長さ 700mm の単管フィルターの成形・乾燥工程において、変形（そり）を 0.5mm/m 以内に抑えること。
②高精度に成形・乾燥した単管フィルターを一体のモジュールとして焼成する技術の開発	成形・乾燥した単管フィルターをモジュール化する際は、均一な単管間隔（0.2±0.05mm）で固定された焼結体とすること。
③オールセラミック製のフィルターユニットの作成技術の開発	フィルターモジュールを 6 個組み合わせてユニット化する際は、その両端をリークや欠陥が無い状態でガラス封止する技術の開発を行うこと。

【平成 25 年度】

開発テーマ	目標値
①セラミックフィルターの単管を高精度に成形・乾燥する技術の開発	◆成形技術の検討において、バインダー及び水分を原料に対して 25%以内に抑える ◆φ5mm、長さ 700mm の単管フィルターの成形・乾燥工程において、変形（そり）を 0.5mm/m 以内に抑える。
②高精度に成形・乾燥した単管フィルターを一体のモジュールとして焼成する技術の開発	◆成形・乾燥した単管フィルターをモジュール化する際の接着用セラミックの組成を決定する。 ◆均一な単管間隔で固定するための焼成条件を絞り込む。
③オールセラミック製のフィルターユニットの作成技術の開発	◆セラミック試験片の焼成試験を行い、連続焼成のためのデータを蓄積する。

【平成 26 年度】

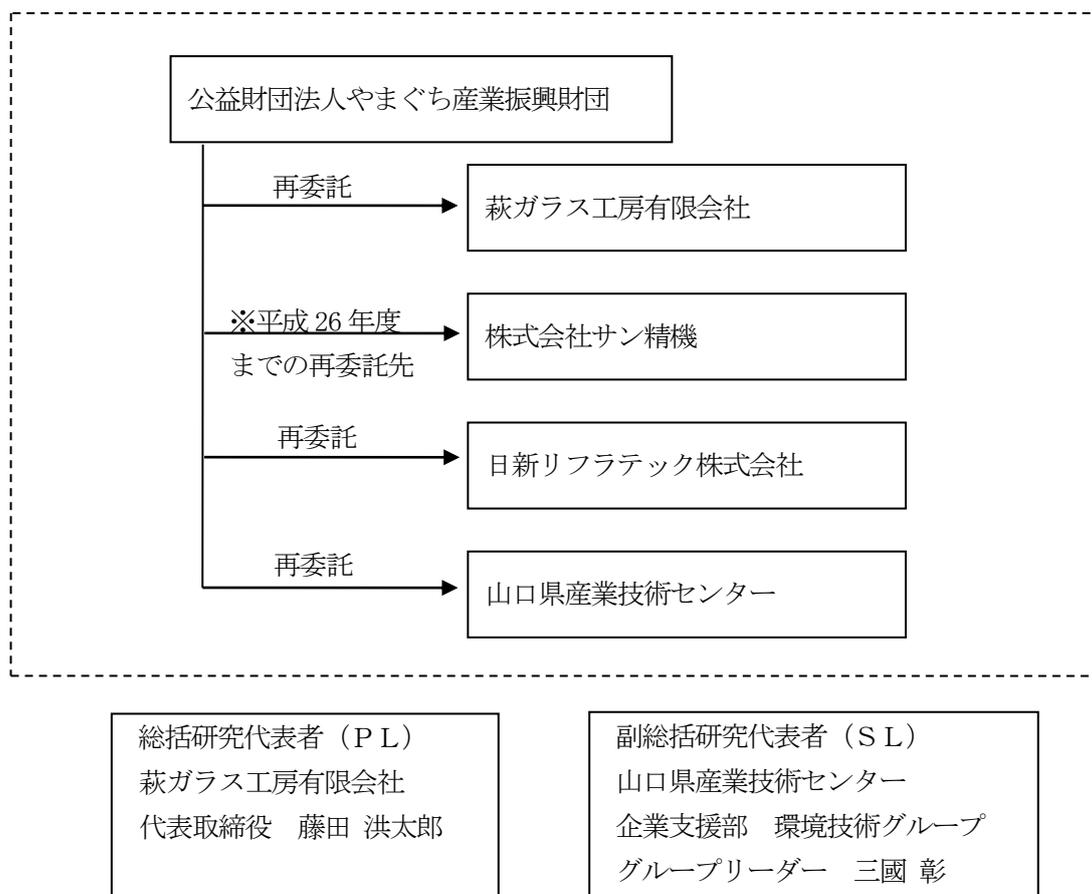
開発テーマ	目標値
① セラミックフィルターの単管を高精度に成形・乾燥する技術の開発	◆ 搬送・回転送風乾燥装置を改良し乾燥効率を向上させることで、約 16%ある成形体の水分量を 20 分間で 10%以下にする。
② 高精度に成形・乾燥した単管フィルターを一体のモジュールとして焼成する技術の開発	◆ 焼成条件、固定方法を検討し、モジュール化する際に均一な単管間隔 (0.2±0.05mm) で固定されるよう焼成精度を向上させる。
③ オールセラミック製のフィルターユニットの作成技術の開発	◆ フィルターユニットの両端を封止するガラス材料を開発する。 ◆ リークや欠陥が無い状態にガラス封止する技術の開発を行う。 ◆ 連続焼成炉におけるフィルターモジュールの焼成条件を検討する。

【平成 27 年度】

開発テーマ	目標値
③ オールセラミック製のフィルターユニットの作成技術の開発	◆ 縦型炉におけるフィルターユニット化 (ガラス封止) を検討する ◆ フィルターユニットを試作し、評価試験を行う。

1-2 研究体制

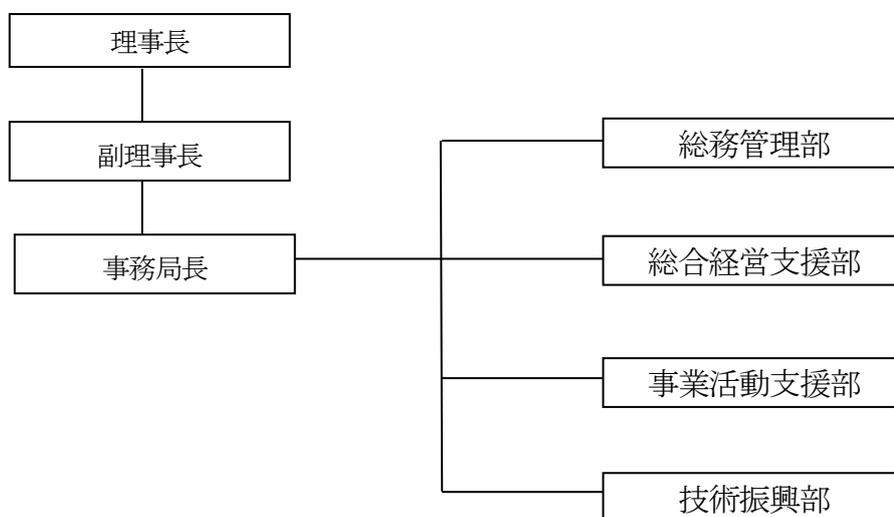
(1) 研究組織 (全体)



(2) 管理体制

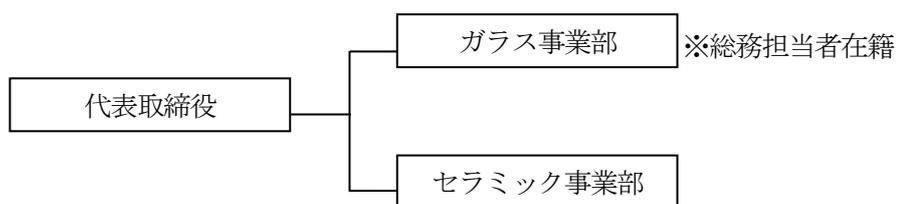
①事業管理機関

[公益財団法人やまぐち産業振興財団]

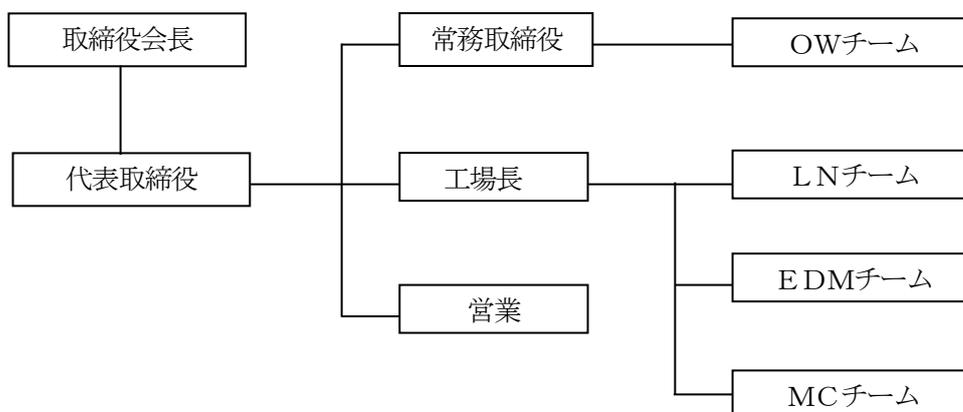


② (再委託先)

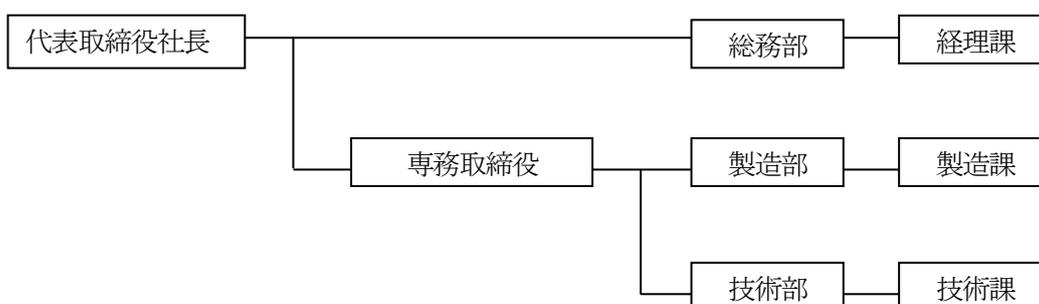
萩ガラス工房有限会社



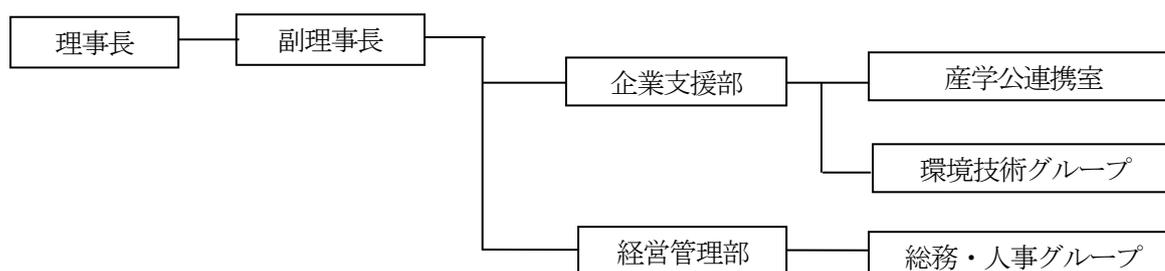
株式会社サン精機



日新リフラテック株式会社



山口県産業技術センター



1-3 成果概要

①セラミックフィルターの単管を高精度に成形・乾燥する技術の開発

【3年間の成果の要約】

H25年度の成形技術検討において、バインダー及び水分を原料に対して25%以内に抑えることができた。またφ5mm、長さ700mmの単管フィルターの成形・乾燥工程において、変形(そり)を0.5mm/m以内に抑えることに成功した。H27年度には搬送・回転送風乾燥装置を改良し乾燥効率を向上させることで、成形体の水分量を20分間で16%から10%以下にする事ができた。

【成果概要】

(搬送・回転送風乾燥装置の開発および改良)

H25年度に開発・製作した搬送・回転送風乾燥装置は、乾燥効率が悪く生産性に関しては、不十分であった。H26年度には搬送・回転送風乾燥装置上部に温風送風機構を追加し、既存の送風機構を吸引に変更することで、温風の循環による乾燥時間の短縮を図った。また、ベルトコンベア上に流れる成形直後の単管フィルターに向けて温風を流すことにより、初期段階で乾燥できるよう改良し乾燥時間の短縮を図った。

(乾燥実験)

改良した搬送・回転送風乾燥装置において、約16%の成形体水分を20分以内で10%以下となる乾燥条件について検討した。温風発生装置の設定温度を変化させ、水分16%の成形体を、押し出し成形装置を用いてφ5mm×750mmの単管を送り速度5本/minで成形し、搬出までの時間を16分で乾燥させた。設定温度100℃の時、排出口の温度は58℃で成形体水分は10%以下となった。また、成形直後の単管フィルターに向けて温風を流すことにより、成形直後の単管フィルターの表面をより速く硬化させることが可能となり、歩留まりが向上した。

②高精度に成形・乾燥した単管フィルターを一体のモジュールとして焼成する技術の開発

【3年間の成果の要約】

H25年度には成形・乾燥した単管フィルターをモジュール化する際の接着用セラミックの組成を決定した。また均一な単管間隔で固定するための焼成条件を絞り込む事ができた。H26年度には焼成条件、固定方法を検討し、モジュール化する際に均一な単管間隔(0.2±0.05mm)で固定されるよう焼成精度を向上することができた。

【成果概要】

固定用セラミック材料として多孔質セラミック材料に用いる焼結材および低融点のガラスを配合することにより、固定用セラミック材料の検討を行った。固定用セラミック材料の融点の測定および焼成試験により、固定用セラミック材料の最適組成を把握した。

これまでの焼成温度帯で実際に焼成さやを形成し、ピラミッド状に組み上

げられたセラミックフィルターの焼成を試みた。この結果、焼成に伴ったセラミックフィルターの反りが抑えられ、単管焼成時に比べて大きな改善結果が得られた。なお焼成帯周囲の温度差は少なく設定温度を上げる事で 1300℃の焼成品を得る事ができるものと考えられる。

焼成条件、固定方法を検討し、モジュール化したセラミックフィルターの単管間隔を計測した。焼成条件、固定方法の検討により、得られたセラミックフィルターは均一な単管間隔 (0.2±0.05mm) で固定されていることを確認した。

③オールセラミック製フィルターユニットの製作技術の開発

【3年間の成果の要約】

H25年度にはセラミック試験片の焼成試験を行い、連続焼成のためのデータを蓄積した。H26年度にはフィルターユニットの両端を封止するガラス材料を開発、連続焼成炉におけるフィルターモジュールの焼成条件を検討し、リークや欠陥が無い状態にガラス封止する技術の開発を行った。H27年度にフィルターユニットを試作し、評価試験を行った。

【成果概要】

(ガラス封止材の開発)

フィルターユニットの両端を封止するガラス材料の候補を選定した。さらにこれらの候補材料について物性測定を行い、ガラス封止材料に適したガラス材料を決定した。

(連続焼成炉による焼成条件の検討)

予備試験では連続焼成炉内の各位置の温度測定を行い、本焼成試験に向けて温度差が少なく、目的の焼成温度を満たす良好な焼成条件の把握ができた。続く本焼成試験では連続焼成炉が通常生産体制に有る中での可能な限りの焼成試験の試みとして実際にサヤを形成しセラミックフィルターの焼成を行った。結果においてはセラミックフィルター周囲の温度差は少なく、加えてサヤ内外の温度差も少ない焼成雰囲気において適正な焼成が可能で有る事が見出された。

(ガラス封止を行うための最適な焼成条件の検討)

1) 連続焼成炉によるセラミックフィルターのモジュール化

接着数増加による改善、接着位置の改善、端面シール方法の改善により良好なセラミックフィルターのモジュールが得られた。

2) 連続焼成炉によるセラミックフィルターのユニット化の改善

セラミックキャップの改善により、封止ガラスの亀裂発生を抑えることができた。また封止ガラスの充填が改善され、良好なガラス封止が可能となった。

(評価試験)

1) フィルターユニットの試作

- ・評価用フィルターユニットの試作
単管およびフィルターモジュールの加工実験を行い、切断ホイールおよび切削ホイールを用いた場合の加工条件を把握した。両ホイールで端面加工可能であった。
 - ・フィルターユニットの加工実験
切削ホイールを用いたフィルターユニットの加工実験の結果、チップング等の問題もなく良好な加工を行うことができた。両端を固定した状態で、同時に加工できることを確認した。
 - ・ハウジングユニットの作製
端面加工したフィルターユニットをハウジングに組み込み。ハウジングユニットを作製した。
- 2) ハウジングユニットの評価
- ・ハウジングユニットの気密性試験
ハウジングユニットを用いて気密性試験を行った。ハウジングユニットの気密性試験の結果、エアー漏れおよび破裂等の欠陥は認められなかった。
 - ・ハウジングユニットの濾過性能試験および捕捉性能試験
濾過性能測定装置を用いて連続運転における濾過性能（以下濾過性能と表記）を把握した。アルミナの懸濁液を用い、濾過性能の試験を行った。4日間の長時間の連続運転において、セラミックフィルター前後の差圧の変化はほとんどなかった。濾過速度（RO 水増水量）もほぼ一定で、安定してRO水が作製できることがわかった。
また、アルミナおよび炭酸カルシウムの懸濁液を用いて、セラミックフィルターの捕捉性能を測定した。セラミックフィルターはそれぞれの懸濁液に対し、99%以上の高い捕捉性能を有した。

1-4 当該研究開発への連絡窓口

連絡担当者所属役職・氏名： 技術振興部 技術支援課長 竹田拓也

Tel: 083-922-9927

Fax: 083-921-2013

E-mail: tak@ymg-ssz.jp

第2章 本論

1 セラミックフィルターの単管を高精度に成形・乾燥する技術の開発

1-1 バインダーの配合条件の検討

従来、バインダーおよび水分は原料に対して 35%程度もあり、乾燥時の変形（そり）の原因のひとつとなっていた。バインダーや分散剤の最適配合条件を決定し、混練物の流動性や成形性を改善し、成形体内部の残留応力を低減させることにより、成形体の変形（そり）を抑える技術の検討を行った。またバインダーおよび水分を原料に対して 25%以内に抑えることを目標とした。

1-2 原料および配合

セラミックフィルターの主原料はムライトであり、ムライトを骨材とし、ムライトを結合する焼結材を用いた。セラミック粒子の表面改質を行い、さらにバインダー配合条件を最適化し、バインダー・水分量を 35%から 25%に低減し、変形を防止することを目指した。セラミック粒子に有機バインダーを添加し、流動性の良好となる配合組成を検討した。主原料（ムライト、焼結材）に対し、有機添加剤および水の含量を変化させて混練物を作製した。バインダー量は粉体に対し、7%添加した。さらに所定の添加量の有機添加材を添加し、水分量を変化させて有機添加剤+水分量を変化させた。表1にバインダーの配合条件を示す。

表1 バインダーの配合条件

NO.	主原料	有機添加剤	溶媒
1	ムライト、焼結材	バインダー	水
2	〃	バインダー+可塑剤	〃
3	〃	バインダー+可塑剤+分散剤	〃

混練物の流動性を評価するため絞りをつけた金型（出口径；3mm）に混練物を入れ、金型をオートグラフにセットし、混練物が押し出される時の荷重を求めた。写真1に流動性の測定状況を示す。表1に示す配合で混練物を作製した。各組成で配合した混練物の流動性を図1に示す。

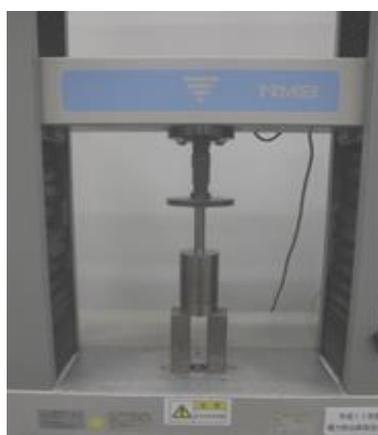


写真1 流動性の測定状況

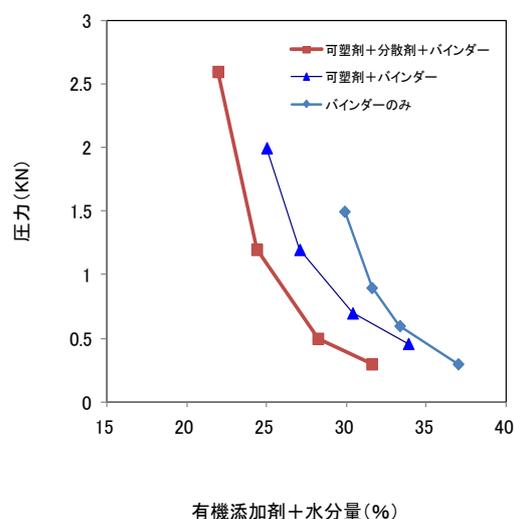


図1 各組成で配合した混練物の流動性（分散剤処理量;0.25%）

バインダーのみでは流動性が悪く有機添加剤＋水分量が 30%以上必要である。有機添加剤として可塑剤を添加すると流動性が改善された。さらに可塑剤と分散剤を併用することで有機添加剤＋水分量を 25%以下に軽減することができた。実際の押出成形において 1～1.5kN が良好であったため、可塑剤＋有機バインダー＋分散剤の配合において有機添加材＋水分＝24.4%の組成が最適であると思われる。バインダー及び水分を原料に対して 25%以内に抑えることができた。

1-3 押出成形体の配合条件の検討

バインダーの配合条件の決定を元に分散剤処理条件、バインダー配合条件を決定した。配合条件を表 2 に示す。

表 2 配合条件

NO.	有機添加材	有機添加剤＋水 (%)	分散剤添加量 (%)
1	可塑剤、分散剤、バインダー	24.4	0
2	〃	〃	0.25
3	〃	〃	0.5
4	〃	〃	1

スクリー式混練機にて原材料を混練したあと、高圧混練真空押し成形機を用いて各配合条件の組成を用いて配合試験を行い、混練物を作製した。各種配合条件で作製した混練物を用いて押出実験を行った。

1-4 搬送・回転送風乾燥装置の開発

成形体が水分を含んだ状態から乾燥硬化するまで単管フィルターを回転させることによって、残留応力を解消しながら均一に乾燥する装置を開発した。乾燥時の変形（そり）を抑制する方法としての装置の回転機構部の概略図を図 2 に示す。成形された単管フィルターの残留応力を解消しながら均一に乾燥させるため、セラミックパイプを回転ローラーとして使用し、その場で回転（自転）させる。送り機構により回転ローラーをベルト状に配置するが、その下部にダクトを投入し、下部から送り機構全体を送風し回転ローラーの隙間からの風力で単管フィルターを乾燥させる。

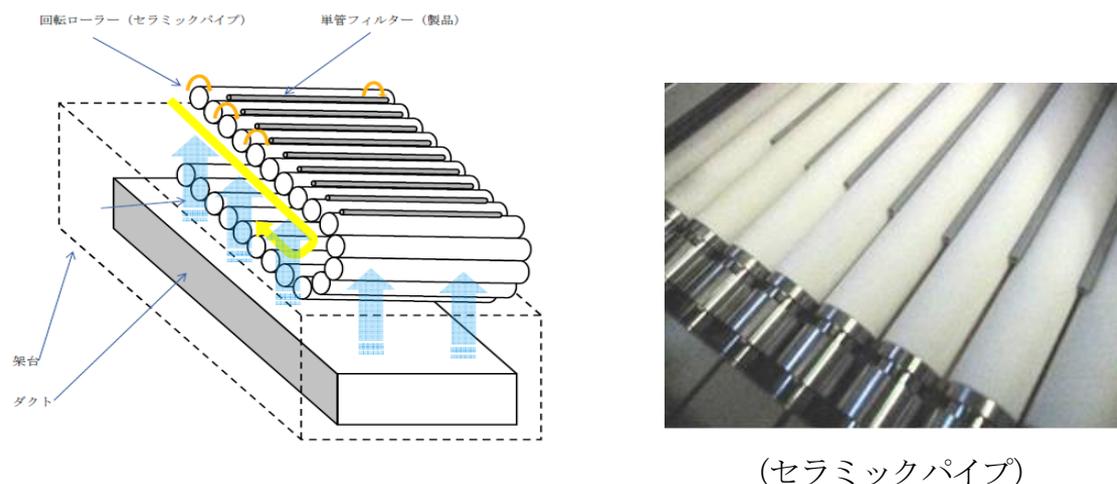


図 2 回転機構部の概略図

1-5 そりの測定

ビデオプローブ式三次元測定機（OGP 製；Smart Scope ZIP300）を用いてセラミックフィルターのそりの測定を行った。

セラミックフィルターを治具に沿って回転させてビデオプローブ式三次元測定機により Z 軸方向の変位を測定した。まずセラミックフィルターを治具の上ののせてセラミックフィルターの位置を測定し、180° 回転させて再度、位置を測定する。この時の Z 軸の位置の差を測定する。次にセラミックフィルターを最初の測定位置から 90° 回転させた後、同様の測定を行い、この時の変位の測定値の差を B とする。そりは A および B の相乗平均により算出した。そりの測定状況を写真 2 に示す。

そり測定用試験片は表 2 に示す成形条件で押出成形し、自然乾燥および回転・送風乾燥の 2 種類の乾燥条件で乾燥した後、焼成した。得られた単管フィルターを測定用のサンプルとした。支点間距離は 541mm で行い、1000mm あたりのそりの値に換算した。図 3 に分散剤添加量とそりの関係の関係を示す。

分散剤処理を行わない場合は自然乾燥および回転・送風乾燥の場合、そり量は 1000 μm 以上であるが、分散剤が 0.25% で処理を行った場合そりの量の値は急激に減少し、自然乾燥および回転・乾燥送風による場合ともに 200 μm 以下となった。

分散剤処理量を 0.5%、1% と増加させるとそり量は増加し、自然乾燥の場合に 1500 μm 以上となった。回転・送風乾燥の場合も自然乾燥の場合と同様にそり量は増加するが、自然乾燥の場合よりは小さな値を示した。表面改質の量が適切でないと、逆にそりの値が大きくなる。

また、回転・送風乾燥することで分散剤処理を行った試料ではそりの軽減効果が認められる。成形体が水分を含んだ状態から乾燥硬化するまで単管フィルターを回転させることによって、残留応力を解消しながら均一に乾燥し、乾燥時の変形（そり）を抑制できたものと考えられる。



写真 2 そりの測定状況

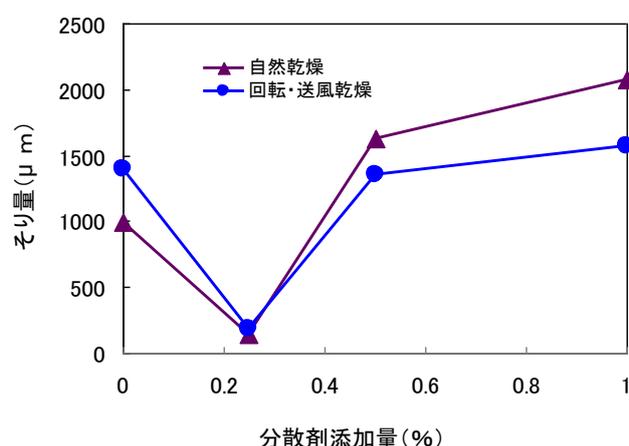


図 3 分散剤添加量とそりの関係

1-6 搬送・回転送風乾燥装置の開発（改良）

H25 年度の構造では送風機からの送風を、回転（自転・搬送）コンベアの下部に装置した送風ダクトから排出し乾燥させる機構であった。下部から送風される風は回転（自転・搬送）コンベアのセラミックパイプの隙間から送られるだけなので、風力が弱く、乾燥に時間がかかっていた。そこで温風送風機を設置し、上部から温風を当てる事によってより早く乾燥させる方法を検討した。

また、H25 年度の装置では搬送時に表面の乾燥が不十分で表面に付着し、単管フィルターが変形し、うまく搬送できない事があった。そこで送風乾燥装置に設置した温風送風機の温風の一部を成形機ノズルに配管設置し、ベルトコンベア上に流れる成形直後の単管フィルターに向けて温風を流すことにした。写真 3 に改良した搬送・回転送風乾燥装置（搬送部）を示す。

装置の改良により、成形直後の単管フィルターの表面をより速く硬化させることが可能となり、95%程度まで歩留まりが向上した。また、熱風温度を 100°C に設定することで約 16% ある成形体の水分量を 20 分間で 10% 以下にすることができた。

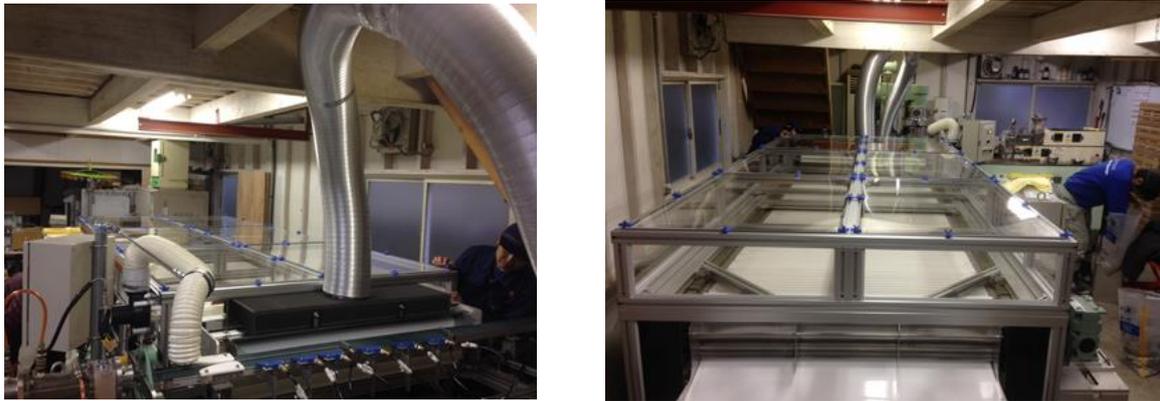


写真 3 改良した搬送・回転送風乾燥装置

2 高精度に成形・乾燥した単管フィルターを一体のモジュールとして焼成する技術の開発

図 4 に示すように高精度に成形・乾燥した単管フィルターを一体化しモジュール化する技術を開発する。固定に用いる固定用ガラス（泥漿）は骨材となる単管フィルターのセラミック原料にガラス成分を配合して作製する。

成形・乾燥した単管フィルターをモジュール化の際は、均一な単管間隔（ $0.2 \pm 0.05\text{mm}$ ）で固定された焼結体の作製を目標とした。

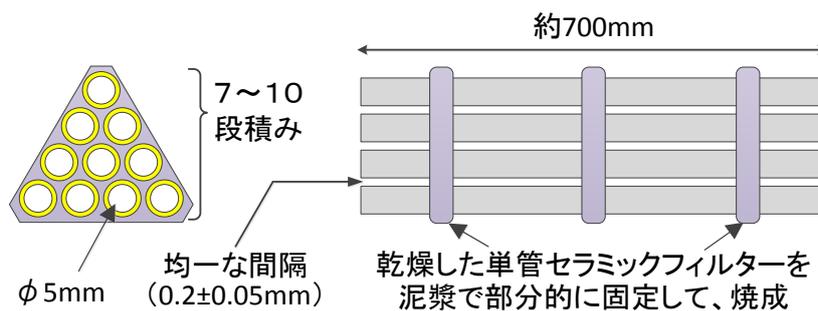


図 4 高精度に成形・乾燥した単管フィルターを一体化しモジュール化する技術

2-1 焼結材およびガラス材の融点測定

本研究における多孔質セラミックス組織を図 5 に示す。骨材粒子であるセラミックス粒子（ムライト）を結合剤（以下焼結材）で結合している。この焼結材では融点が高く収縮時の応力を緩和させることができない。そこでこの焼結材に低融点のガラス（以下ガラス材）を添加し、均一に混合し固定用ガラスを作製した。固定用ガラスの Tg-DTA 測定結果を図 6 に示す。

ガラス配合率が増加するにつれて融解のピークは低融点側に移行した。またガラスは配合比率が多くなるにつれて融解温度範囲は広くなることが認められた。開発したガラス組成を用いることでフィルターの接着が良好となり、モジュール化が可能になった。

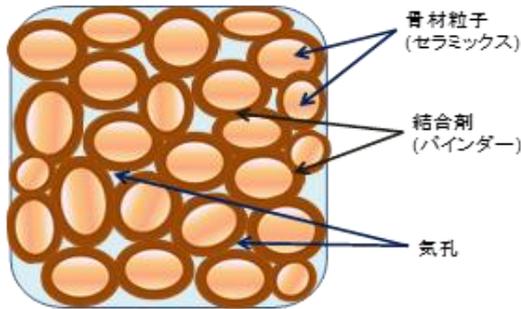


図5 多孔質セラミックスの組織

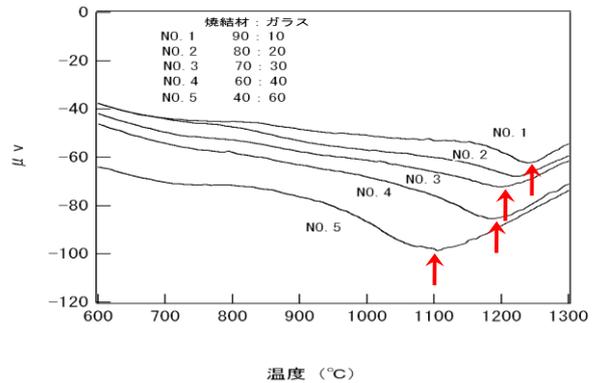


図6 固定用ガラスのTg-DTA測定結果

2-2 フィルターモジュールの作製

開発した固定用ガラスを用いてピラミッド状に組み上げられたセラミックフィルターの焼成を試みた。焼成したフィルターモジュールの外観を写真4に示す。

焼成に伴ったセラミックフィルターのそりが抑えられ、単管焼成時に比べて大きな改善結果が得られた。

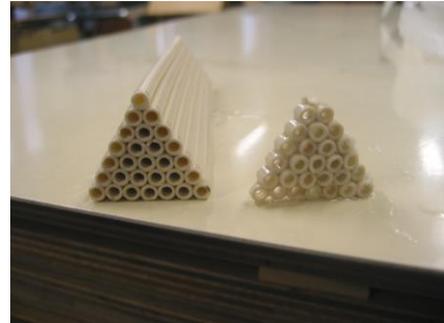


写真4 焼成したフィルターモジュールの外観

モジュール化したセラミックフィルターの単管間隔をデジタルマイクロスコープ(株)ハイロックス製 KH-7700)を用いて計測した。

結束部付近の単管間隔の測定例を写真5に示す。結束部付近ではほぼ単管間隔(0.2±0.05mm)をクリアしている。結束部周辺ではセラミック単管を固定用ガラスで固定しており、ほぼ均一にセラミック泥しょうがコーティングされていることが確認できた。



写真5 単管間隔の測定例(結束部分)

3 オールセラミック製のフィルターユニットの作製技術の開発

作製したフィルターモジュール6組用いてフィルターユニットを組み立てた後、単管フィルターと同じ材質の緻密質のアルミナで製作したセラミックカップに、組み立てたフィルターユニットをセットし、封止用ガラス粉を充填し、900℃付近の温度域で端面をガラス封止する。次にもう一方の端面を750℃付近の温度域でガラス封止する（先に封止した端面が再溶融しないために、150℃以上融点異なるガラス組成とする）。図7にガラス封止の状況を示す。

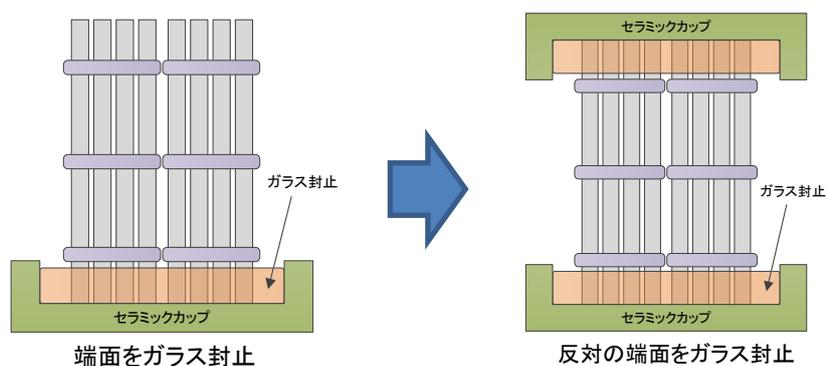


図7 ガラス封止の状況

3-1 封止用ガラスの物性測定

フィルターユニットの両端を封止するガラス材料の候補を選定した。さらにこれらの候補材料について以下に示す物性測定を行い、ガラス封止材料に適したガラス材料を決定した。

1) 熱分析によるガラス転移点測定

低温用、及び高温用のガラス封止材のガラス転移点を測定した。それぞれのガラスは低温加熱温度（750℃）、高温加熱温度（1100℃）以下の温度で溶融した。

2) 軟化・溶融試験

低温用、及び高温用のガラス封止材の溶融・軟化状況を把握した。それぞれのガラスは低温域（750℃）、高温域（1100℃）で軟化・溶融した。高温（1100℃）で溶融後に固化したガラス材が低温加熱（750℃）で再溶融しないことを確認した。

3) 熱膨張率測定

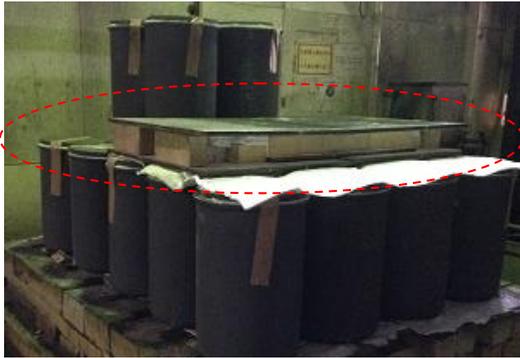
セラミックフィルター及びガラス封止材の熱膨張率を測定した。低温用、及び高温用のガラス封止ガラスの中でセラミックフィルターと熱膨張率の差が少ないガラスを選定した。

3-2 連続焼成炉による焼成条件の検討

連続焼成炉（トンネル窯）でのフィルターモジュールの焼成及び縦型焼成炉でのユニット化（ガラス封止）の検討を行った。

平成25年度は、単管フィルターと同じ組成のセラミック試験片の焼成試験を行い連続焼成炉内の温度分布を把握した。また、試験的に単管フィルターの焼成を行った。平成26年度は連続焼成炉におけるフィルターモジュールの焼成条件の最適化を行った。

写真6にセラミックフィルター生管のサヤへのセット状況を示す。



(セラミックフィルター生管L700品) (セラミックフィルター生管L500品)

写真6 セラミックフィルター生管のサヤへのセット状況

1) 連続焼成炉によるセラミックフィルターのモジュール化

接着数増加による改善、接着位置の改善、端面シール方法の改善により良好なセラミックフィルターのモジュールが得られた。

2) セラミックフィルターのユニット化の改善

セラミックキャップの改善により、封止ガラスの亀裂発生を抑えることができた。また封止ガラスの充填が改善され、良好なガラス封止が可能となった。またユニット化（ガラス封止）を行うための縦型焼成炉および試験炉を用いて焼成条件の検討を行った。

3-3 評価試験

評価試験用のフィルターユニットの試作を行った。最終工程ではチャッキングが困難な形状のフィルターユニットの両端を精度良く平行に除去加工する必要がある。セラミックキャップの両端を平行に加工し、完成したフィルターユニットを図8に示す。

次にフィルターユニットをハウジングに組み込みハウジングユニットを作製した。ハウジングユニットのイメージ図を図9に示す。

ハウジングユニットを用いて評価試験（所定の水圧を掛けての気密試験や濾過性能試験（フィルターの捕捉性能や連続運転における濾過性能評価））を行った。

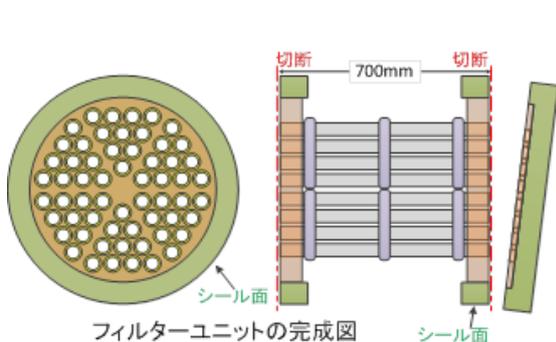


図8 フィルターユニットのイメージ図

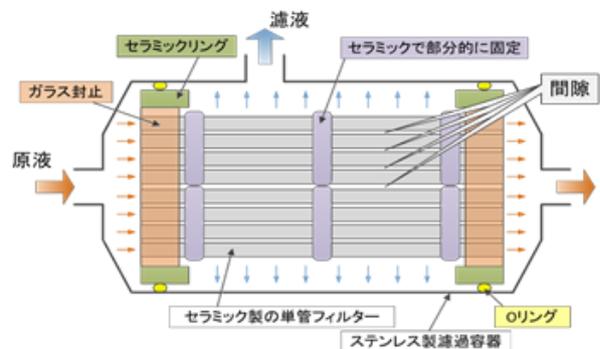


図9 ハウジングユニットのイメージ図

3-4 フィルターユニットの作製

フィルターモジュール加工において切断ホイールと切削ホイールの両ホイールを用いてフィルターモジュールの加工面の形状誤差を測定し、比較した。切断ホイールでは加工面の誤差が平均 0.1mm で最大 0.2mm に達するのに対し、切削ホイールでは最大でも 0.02mm であった。また両ホイールともにチッピングは認められなかった。

このように切削ホイールは加工精度が良好であるため、フィルターユニットの加工は切削ホイールを用いることにした。ガラス封止を行ったセラミックフィルターユニット品を用いて加工実験を行った。端面加工機へのフィルターユニットのセット状況を写真7に示す。

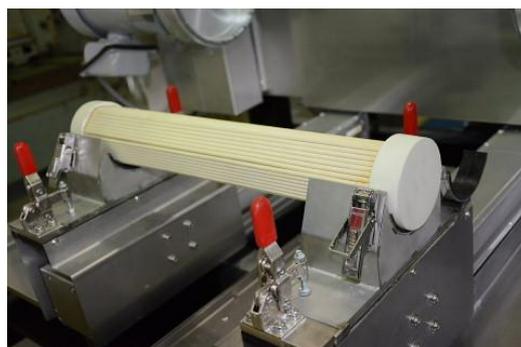
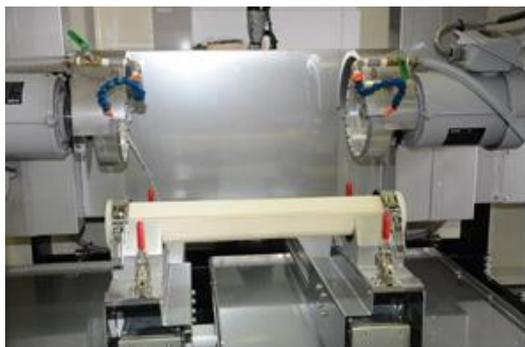


写真7 端面加工機へのフィルターユニットのセット状況

フィルターユニットの切削試験の結果、フィルターユニットの表3に示す加工条件に決定した。端面加工機による切削加工を行うことにより精度良く端面の加工を行うことが可能となった。ガラス封止を行ったセラミックフィルターユニット品(L500品及びL700品)ともにチッピング等の問題なく加工を行うことができた。目視による観察により加工による破損はなく、両端の加工ができることを確認した。

表3 フィルターユニットの加工条件

使用ホイール	加工条件
切削ホイール(直径 200mm)	回転数 ; 1,800 rpm
	送り速度 ; 1mm/sec
	送り量 ; 2mm/回
	切削回数 ; 1~2回(封止状況により判定)

写真8に 端面加工を行ったフィルターユニットの加工面を示す。単管間の隙間が良好にガラス封止されていること、単管内部にガラスが残っていないことを確認した。

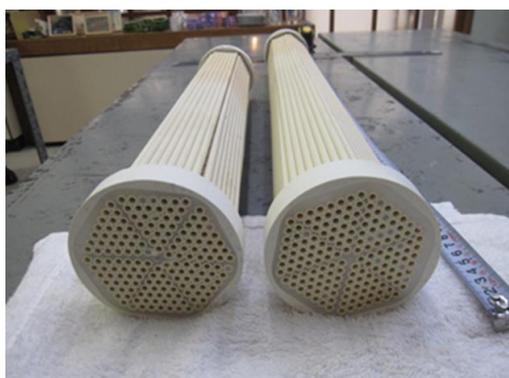


写真8 端面加工を行ったフィルターユニットの加工面

3-5 ハウジングユニットの作製および評価

端面加工を行ったフィルターユニットをハウジングに組み込んだ。セラミックフィルターおよび封止が良好であるか確認するため、発泡試験を行った。この試験ではフィルターユニット全体から均一に微細な泡が発生することを確認した。

次に気密性試験や濾過性能試験等の評価試験を行った。ハウジングユニットの片端および2か所の側面口を封じ、水中に設置する。そして、もう片端よりエアを加圧した。エアを加圧を 500 kPa まで上げてエア漏れ、および破裂等の有無を調べた結果、ハウジングユニットの気密性試験結果は良好であり、特に異常は認められなかった。

気密試験に合格したハウジングユニットを濾過性能試験用のハウジングユニットとして使用した。

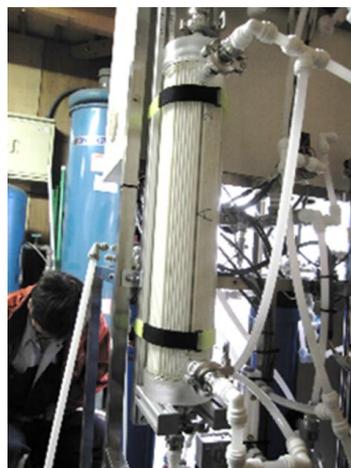
3-6 濾過性能測定

(濾過性能測定装置)

開発したセラミックフィルターにおいては、長期間の使用においても目詰まりを防ぐことができることを実証する必要がある。目詰まりの状況は、セラミックフィルター前後の差圧を測定することで把握することができる。本事業で作製したハウジングユニットを測定装置に取り付けて R0 水を作製すると同時にセラミックフィルター前後の差圧を測定した。濾過性能測定装置の外観を写真9に示す。



(濾過性能測定装置の概観)



(フィルターユニット部)

写真9 濾過性能測定装置の外観

本装置はセラミックフィルターに原水タンクから原水を送り込み、セラミック膜を通した後、R0 膜を通して R0 水を作製する装置である。装置内にあるバルブの開閉により、濾過、逆洗を繰り返し、連続的な R0 水の作製が可能である。操作パネルにおいて連続運転におけるタイマー設定や各バルブの開閉操作を行う事ができる。また、本装置では多孔質セラミックフィルターの前後の圧力計により、膜の差圧を計測することが可能である。

(濾過性能試験)

濾過性能測定装置に本研究開発で開発したセラミックフィルターのハウジングユニットを取り付け、濾過性能を測定した。

濾過性能測定装置の原水タンクに 200L の水道水及びアルミナを入れ、攪拌混合し、懸濁液 (0.1%のアルミナ懸濁液) を作製した。測定中は常時、攪拌機を用いて攪拌を続けた。

本装置ではパネル操作で濾過時間、逆洗等の条件、データ取り込みの条件が設定可能である。懸濁液を用いた査察実験により、濾過実験条件を決定した。本実験では洗浄、濾過 (濾過時間 60 分)、エア及び水による逆洗浄 (パルス洗浄、3 回繰り返し) を基本濾過工程とし、これを連続的に繰り返す連続濾過実験を行った。セラミックフィルターの IN 側および OUT 側の圧力の経時変化、差圧、濾過速度を計測した。(データサンプリング間隔 ; 10sec) で 1 日ごと、4 日間の連続運転を行った。

濾過工程においては被濾過物質の懸濁液は原水タンクユニットから加圧ポンプにより加圧され、セラミックフィルターを通り、RO 膜を通り、RO 水が製造される。懸濁液中の被濾過物質はセラミックフィルターにより濾過される。

(濾過性能試験結果)

セラミックフィルター IN 側および OUT 側の圧力の経時変化、差圧、濾過速度を計測した。(データサンプリング間隔 ; 10sec) で 1 日ごと、4 日間の連続運転を行った。(各圧力および膜差圧の経時変化ならびに濾過速度を測定した。図 1 0 に第 1 日目の各圧力の経時変化を示す。

各測定日において IN 側の圧力および、OUT 側の圧力、差圧はほとんど変化がなく差圧は 36~39 (kPa) であった。図 1 1 に第 1 日目の濾過速度の経時変化を示す。濾過速度は 210~230 (L/hr) であり、時間経過後もほとんど変化がなかった。

同様の濾過テストを 4 日間連続して行った。連続濾過性能試験における積算濾過時間と差圧の関係を図 1 2 に積算濾過時間と濾過速度の関係を図 1 3 に示す。

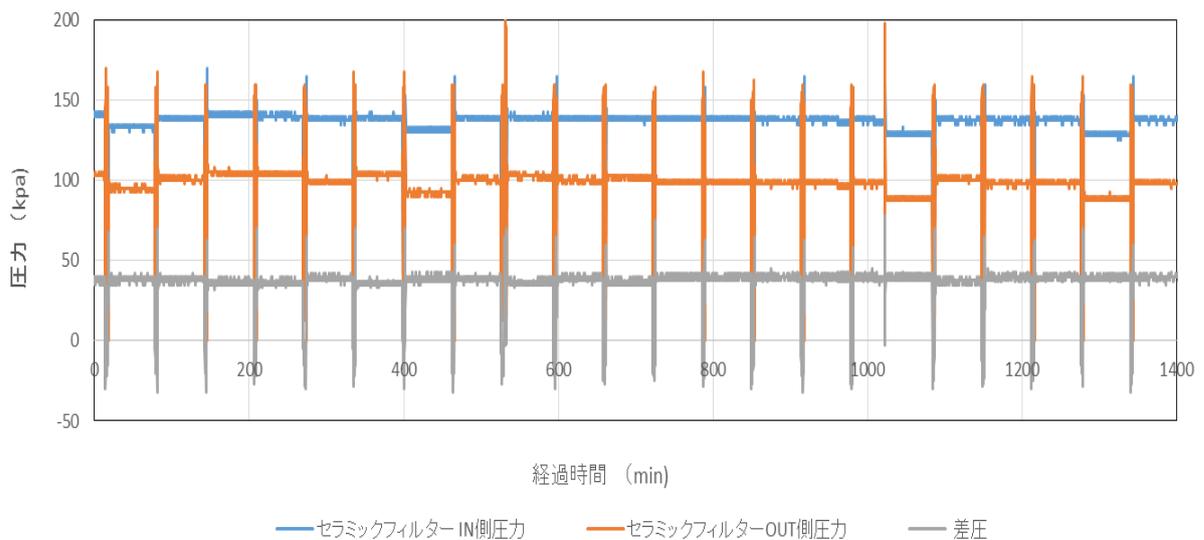


図 1 0 各圧力の経時変化 (第 1 日目)

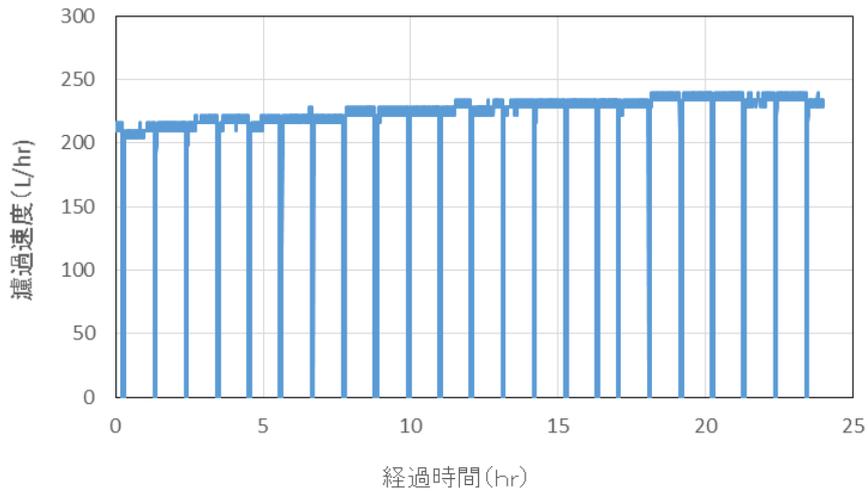


図 1.1 濾過速度の経時変化 (第 1 日目)

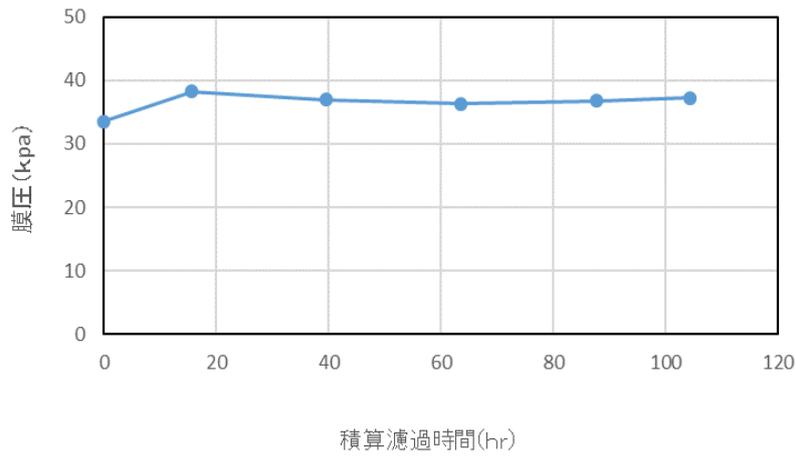


図 1.2 積算濾過時間と差圧の関係

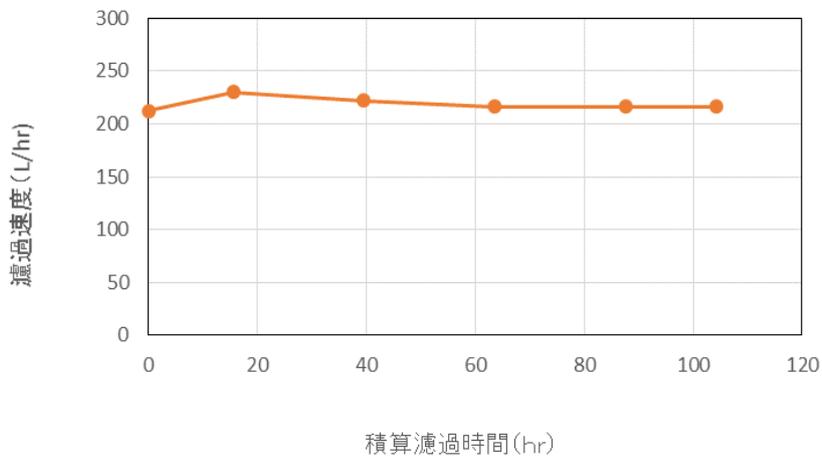


図 1.3 積算濾過時間と濾過速度の関係

濾過性能試験の結果から、長時間の連続運転にもかかわらず差圧の変化がほとんどない事がわかった。また連続濾過実験においてセラミックフィルターの劣化が少なく、濾過速度（RO 水増水量）もほぼ一定であり、安定して RO 水が作製できることがわかった。

(捕捉性能試験方法)

濾過性能試験は2つの被濾過物質について試験を行った。

濾過性能測定装置の原水タンクに 200L の水道水及び被濾過物質を入れ、攪拌混合し、懸濁液（0.1%）を作製した。測定中は常時、攪拌機を用いて攪拌を続けた。連続試験（連続試験における差圧測定）を始める前に懸濁液をセラミックフィルターを通過させて、濾液を2～3L採取し、捕捉率を測定した。濾過性能測定装置のバルブの開閉操作により、フィルターを通過させた懸濁液を採取した。アルミナにおいては4日間の連続運転の途中で濾液を採取し、それぞれの濾過液について性能を測定した。

(捕捉性能試験結果)

アルミナおよび炭酸カルシウムの懸濁液をセラミックフィルターにより濾過した液（1L）をメンブランフィルター（0.2 μ m）により全量濾過し、重量を測定し、メンブランフィルターの透過率を求め、透過率から捕捉率を算出した。各被濾過物質を用いた場合の捕捉率測定結果を表4に示す。

表4 各被濾過物質を用いた場合の捕捉率測定結果

被濾過物質	通過率(%)	捕捉率(%)
アルミナ(AM-21)	0.1	99.9
炭酸カルシウム(STP3-4)	0.1	99.9

セラミックフィルターはアルミナおよび炭酸カルシウムそれぞれの被濾過物質の懸濁液に対し、ともに高い捕捉率を示した。長時間にわたる連続運転における捕捉率測定結果（被濾過物質；アルミナ）における連続濾過実験（4日間）の結果においても、99%の高い捕捉性能を維持し、捕捉性能が変化しないことが確認された。

最終章 全体総括

1) 複数年の研究開発成果

本事業においてバインダーや分散剤を用いたセラミック原料粒子の表面改質、乾燥工程の改良等で粉末冶金技術（押出成形法等）の高度化を行うことで、変形（そり）を抑え、高精度に成型・乾燥した単管フィルターを作製した。次いで、これを一体化したフィルターモジュール、さらにモジュールの端面を新たに開発するガラス材料で封止する技術を開発し、濾過機器に組み込むフィルターユニットを作製した。また最終年度には完成させたオールセラミック製のフィルターユニットの性能評価を行った。

2) 研究開発後の課題・事業化展開

開発したフィルターはオールセラミック製であるため、耐薬品性に優れ、逆洗が容易・安価で長寿命である。このように本開発品は高性能であるが、現状では短所もある。本開発品の長所と短所を以下に示す。

(長所)

- ① 一般の中空糸有機膜製フィルターの場合に懸念されているビスフェノール等のホルモン系可塑剤の溶出の恐れが無いこと。
- ② 水道水中の有害なクリプトスポジュームは中空糸有機膜製フィルターでは除去できないが、セラミックフィルターでは除去できること。
- ③ 中空糸有機膜製フィルターでは、高温・高圧力濾過、高圧力逆洗浄ができないが、セラミックス製フィルターでは可能であること。
- ④ 逆洗浄が容易であることから、耐久寿命が長いこと。

(短所)

- ① 単位面積あたりのコストが高い。
中空糸有機膜製フィルター 7,000円/m²との対抗策が必要
現状は手作り試作段階なので 50,000円/m²かかっている。
- ② 量産化への対策が未知数
現有設備では、せいぜい100モジュール程度の生産しか出来ない。
顧客の要求量は2,000～5,000モジュールと想定されているものの、発注量の確約がされていないために設備投資ができない。

このように本技術においては多くの長所がありながらも製造コストや量産化への課題が残されている。来年度以降は補完研究を行いながら、これらの課題解決に向けた取り組みを行う。

3) 事業化の進め方

今後の事業展開として川下企業とその他の事業者への事業展開を以下に示す。

- ① 上水道部門への事業展開
 - ・オールセラミックス製の用途として医薬品製造に対しては性能的には優位性があり、コスト対応も可能であるものの、現段階では上水道部門の市場ははるかに大きい

めに早急にコストダウンを図り販売を開始したいという意向がある。

- ・しかしながら希望とする単価は10,000円/m²であるため、事業化は困難である。そこで量産用設備投資、コスト高となっている部分の低コスト化（セラミック部分の接合を樹脂化）の検討を行っている。

② 上水道部門への事業展開

これからは市場調査を行いながら他社への販路拡大も視野に入れて事業化検討を行う。

4) 本事業の成果による新規事業への展開

今後は本事業の成果をいかながら、新規事業への展開も視野に入れ開発を継続する予定である。開発したセラミック多孔体は微細な気孔径制御が可能であり、ゼオライト膜や炭素膜を担持させる支持体として以下に示す用途が考えられる。

(ゼオライト膜や炭素膜を担持させたセラミックフィルターの概要)

微細な気孔径制御が可能なセラミック多孔体にゼオライト膜や炭素膜を担持させたセラミックフィルターは分子レベルの篩膜による濾過手法として開発が行われており、従来からの蒸留法に比べると設備投資額がはるかに小さく、省エネで高性能な分離膜である。それゆえ、今後は各種の化学物質の分離技術の基盤になっていくものと期待される。