

イーセップ株式会社

規則性ナノ多孔質セラミック分離膜基材の試作開発

産業用精密分離に用いているセラミック分離膜の高機能化には、基材の細孔径・細孔分布などのナノ細孔構造の精密制御が必須です。本事業では、ナノ細孔構造を精密制御したセラミック分離膜基材の試作・開発を行います。

■代表者 代表取締役社長 澤村 健一
 ■設立 平成25年10月1日
 ■資本金 40,500千円
 ■従業員数 4人
 ■業 種 窯業・土石製品製造業
 ■所在地 〒619-0238
 京都府相楽郡精華町精華台7丁目5番地1
 けいはんなオープンイノベーションセンター205号室
 ■TEL・FAX 0774(94)6673・0774(94)6674

■URL <http://sites.esep-membrane.com>
 ■E-mail sawamura@esep-membrane.com
 ■拠 点 R&D（研究開発）
 〒619-0238 京都府相楽郡精華町精華台7丁目5番地1
 けいはんなオープンイノベーションセンター108、109、209号室
 〒612-8374 京都市伏見区治部町105番地
 京都市成長産業創造センター502号室



事業の概要

■事業の目的について

化学工場にはよく巨大なタワーが見られます。そこで行われていることは、化学反応で目的の生成物例えばイソプロピルアルコールや酢酸の中に混じっている水分を蒸留によって分離し除去することです。蒸留は対象物を加熱し蒸気とし、次いで冷却し液体に戻す操作ですが、高純度にするにはこの操作を何度も繰り返します。このため、化学工場で消費する全エネルギーの約40%がこの蒸留による分離プロセスのため費やされています。

弊社が目指す事業は、蒸留プロセスを加熱・冷却を必要としない膜分離プロセスに置き換えることにより大幅な省エネルギーを実現しようとするものです。コンピューターの世界においてイノベーションをもたらしたトランジスターの役割を化学工場においては、弊社の開発したナノセラミック分離膜に託すものです。

■事業の技術について

セラミック分離膜は細菌（100～1000nm）やウイルス（10nm～100nm）の分離では10nm以上ですが、化学産業での分離では分子サイズの1nm以下の領域になります。このサブナノ領域の孔径を精密に制御しかつ大面積の薄膜にしなければならないので、その設計・製造は格段に難しくなります。①酸性の水溶液に耐性のある分離膜材料の選定②多孔質セラミック支持管表面に中間層を設け、その上に均質な所定の大きさのサブナノ径を持つ分離膜の形成技術③熱膨張・収縮に耐える膜構造の設計等など多くのノウハウを含む技術が要求されます。弊社ではこれまで、膜有効細孔径が0.3～0.4 nmのセラミック分離膜を開発し、例えば水（0.3nm）と酢酸（0.43nm）などの分子レベルでの分離が可能な膜として、製品展開を行っております。

■事業のニーズについて

一方で、弊社製膜技術を転用することで、ナノレベルで精密制御されたセラミック分離膜基材を提供してもらえないかという顧客からの要望が多く出て参りました。弊社が開発した水と酢酸の分離膜に限らず、産業用精密分離に用いるセラミック分離膜の高機能化には、基材の細孔径・細孔分布などのナノ細孔構造の精密制御が必須であると、顧客からの要望を頂いております。

現在一般的に利用されている産業用セラミック管（アルミナが多い）の膜細孔径は、おおよそ1～10μmですが、研究開発用途では、膜細孔径100nm程度のもので市販されています。弊社が現在製品化している分離膜はこれら下地となる支持管基盤と親和性が高いため成膜が可能です。しかし他種機能性材料の成膜で

は、下地の基盤と親和性が低く成膜困難、または基盤表面の凹凸が大きく欠陥（間隙）が生じるなどして、実用的に利用できる分離膜の製造が困難であるのが実情です。

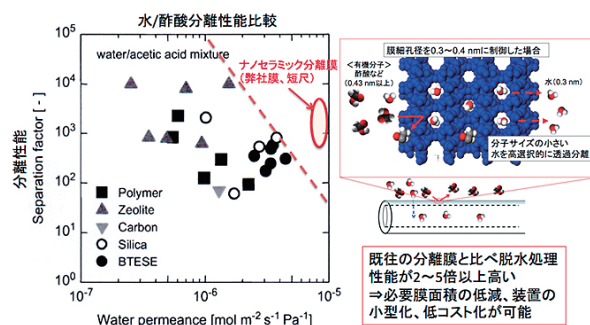
■本事業の目標について

本事業では弊社のシリカ素材の製膜技術を転用し、各種機能性分離膜の製造が可能な規則性ナノ多孔質セラミック分離膜基材の試作開発を行います。試作品開発における技術的課題は、表面の凹凸をなくし、膜細孔径を2～10nmに精密制御することです。

事業の内容

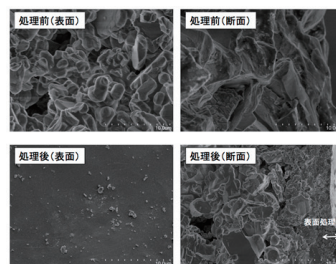
■試作品の内容

長年にわたる研究と大学からの技術導入などから、図に示すような性能をもつ分離膜の試作に成功しました。



ナノセラミック分離膜細孔径の超精密制御と薄膜化による高透過性の実現

図の縦軸の分離性能は水/酢酸の透過比率を示すもので400以上であれば実目的を達成できます。横軸の透過性能は単位面積・単位時間・単位圧力差のもとでどれだけの量の分離処理ができるかを示すもので、装置の小型化、コスト削減にとって重要なものです。



表面処理前後の分離膜基盤の電子顕微鏡写真

弊社のナノセラミック分離膜は、他のシリカやゼオライト、ポリマー等の分離膜より約2～5倍以上高い値です。この高い値は、孔径の大きさが良く制御された均質な分離膜をより薄くしたことによって達成されたものです。

本事業での表面処理前後

企業概要

弊社は簡易、エコかつ効率の良い分離プロセスのための膜分離技術を提供します。産学連携により開発したシーズを基に、独自に発展させたコア技術によって、透過性・分離性・耐酸性に優れたセラミック分離膜を製品化することに成功しました。膜分離の技術の発展は将来の化学・石油産業のプロセスを簡略化し、エネルギー消費を劇的に削減することができます。

主要製品

酸に強いシリカやゼオライトといったセラミック材料を使って、極めて小さいサイズの分子も透過分離することができる高い耐用性分離性をもった、ナノセラミック分離膜。



ナノセラミック分離膜エレメント



規則性ナノ多孔質セラミック分離膜基材（本事業試作品）

主要取引先

大学院や企業の研究開発機関、大手エンジニアリング会社、有機溶剤を含む排水処理に困っている企業、石油化学産業に携わる様々な企業など、製品の検証と実績を積み重ねる中で、幅広い取引先とのビジネスリレーションを構築しています。

主な保有設備

ナノセラミック分離膜製造装置、ナノ膜細孔評価試験装置
連続処理用電気炉
LabVIEW Automated Test Suite

の膜構造の典型的な電子顕微鏡写真を示します。処理前の多孔質アルミナ支持体のみであると表面に数 μm 程度の凹凸、孔が存在しますが、表面にアルミナ微粒子/シリカの表面処理を行うことによって、平滑な分離膜基盤を形成することができました。

■連続処理用電気炉の導入

本事業で規則性ナノ多孔質セラミック分離膜基材を試作開発するためには、膜焼成温度、焼成時間を精密に変化・制御する必要があります。また、本試作・開発では試験・テスト量が非常に多くなることが予想されます。そのため、実用サイズ（長さ40cm）の管状セラミックの上記精密加熱処理が可能であり、かつ連続操作が可能な連続処理用の電気炉の導入検討を行いました。当社は全自動の流動式電気炉を予定しておりましたが、試作の段階で不具合が確認されたため、特にボトルネックと判断される焼成行程に焦点を絞り、焼成処理連続化のための電気炉導入を行いました。結果、事業取り組み前と比べ試験速度は4倍以上加速致しました。

事業の成果

■ナノ膜細孔評価試験装置による膜評価

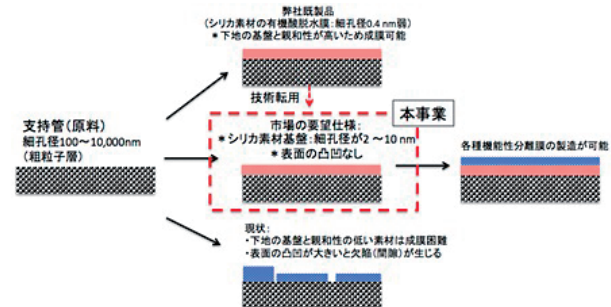
本事業で試作開発する規則性ナノ多孔質セラミック分離膜基材の品質の指標として、その細孔分布を評価致します。分離膜基材の目的とする細孔径が2nm～10nmの範囲であるため、ガスと蒸気の毛管凝縮を利用したケルビン式から膜細孔分布評価を行なう定法である、ナノパーம்பオロメトリー試験（ナノ細孔評価試験装置）を導入し、膜評価を行ないました。このナノ細孔評価試験装置はコストダウンと試作品の長さ（40cm）への対応のため、完成品でなく当社で部品購入し組み立てたものです。

測定した結果、細孔径を小さくするほど N_2 （窒素）透過度は減少しますが、細孔分布10nm以下、3nm以下、2nm以下というように、表面処理条件の調整によって、大きな膜欠陥なく2～10nmの範囲で細孔径を制御できることを確認致しました。

■分析機器（ガスクロマトグラフ式）を利用した分離試験

本事業により試作した規則性ナノ多孔質セラミック分離膜基材（膜細孔径2nm～10nm）が実際に各種機能性分離膜の製造に有効であることを実証するため、本事業のセラミック分離膜基材の上に

各種機能性分離膜を成膜しました。例えば混合ガス分離への応用が期待されるため、ガスの濃度分析を行う分析機器（ガスクロマトグラフ、島津製作所製）一式を導入して膜性能の評価・比較を行いました。例えば本事業により試作したナノ分離膜基盤上に水素分離用のPdを製膜し、 H_2 （水素）、 N_2 （窒素）、 O_2 （酸素）、 CO_2 （二酸化炭素）、 CH_4 （メタン）等を含む混合ガスから水素のみを選択的に分離除去できることを確認致しました。その他、イソプロパノール、エタノール、酢酸、アクリル酸、トルエン、メチルシクロヘキサンなど、各種有機溶剤の分離試験も実施致しました。当初の目論み通り、本事業で試作した分離膜基盤により、各種機能性分離膜の製造が可能であることを確認することが出来ました。



本事業による表面処理技術の高度化

今後の事業展開

現在まだ創成期であるためセラミック分離膜市場はまだ10億円未満の規模ですが、NEDO報告書によると、関連した膜分野の2030年頃の市場規模は、世界で1,500億円、国内で80億円程度と見込まれ、膜分離プロセスによる省エネルギー効果による化学工業全体の2030年頃のコストカット効果は、世界で3,750億円、国内で200億円程度と見込まれています。

本事業の成果が寄与するセラミック分離膜のマーケットはエネルギー・化学産業となり、具体的なユーザーはエンジニアリング会社に加えて新規開発を行う研究機関も対象となります。実際に、本事業の成果物となる規則性ナノ多孔質セラミック分離膜基材の引合いが研究機関からすでにきています。本事業で目標設定している性能（シリカ素材で膜細孔径が2～10nmであり、かつ膜表面の凸凹なし）の安定供給が達成されれば大きな優位性をもつことから、制御される膜細孔径に応じて付加価値が大きく向上します。

手作りで製造したナノ細孔評価試験装置