

3M™ Liqui-Cel™ EXF シリーズ 分離膜モジュール

洗浄と保管ガイドライン

目次

I.安全に関する情報 ····································
II.使用目的および制限事項 ····································
III.文書の目的 ····································
IV. 洗浄パラメーター
V. 洗浄溶液の流量ガイドライン
VI. 定期的 / 汚れ防止のための推奨手順 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
VII.中程度の汚れに対する推奨洗浄手順 ····································
VIII. 重度の汚れに対する推奨洗浄手順 ····································
IX. スケール除去の洗浄手順・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
X. 粒子状物質による汚れの場合の洗浄手順 ····································
XI. 分離膜モジュールの殺菌・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
XII. 乾燥方法 ····································
XIII. 分離膜モジュールの完全性試験 ······ 13
XIV. 分離膜モジュールの保管および取り扱いのガイドライン
XV. 分離膜モジュールを返送する際の洗浄手順 ······ 15

ここに含まれる情報と当社製品は、「明示または暗示を問わず、いかなる種類の保証なしに、商品性、特定の目的または使用に対する適合性、または知的財産権の非侵害の暗示された保証を含みますが、これらに限定されません。いかなる場合においても、販売者は、ここに含まれる情報および/または販売者の製品の使用に起因するあらゆる種類の特別、偶発的、間接的、または結果的な損害、またはいかなる損害に対しても責任を負いません。

弊社製品に関する最新情報を確認するために、弊社ウェブサイトから最新の英語版を確認してください。英語版が正式な文書となります。

3M™ Liqui-Cel™ EXFシリーズ分離膜モジュールには、FDA(*1) CFR(*2)Titel21に規定される材料で構成および食品衛生法の 第18条に基づき、昭和34年厚生省告示第370号(食品・添加物 等の規格基準)の第3に器具及び容器包装の規格及び試験法の基 準に適合した製品があります。詳しくは当社の担当者にご確認くだ さい。

(*1) FDA: アメリカ食品医薬品局 (Food and Drug Administration)

(*2) CFR: 連邦規則集 (Code of Federal Regulation)

表一覧

表 1:洗浄流量ガイドライン	6
表 2:定期的/汚れの防止のための推奨洗浄手順	
表 3:中程度の汚れに対する推奨洗浄手順	8
表 4:重度の汚れに対する推奨洗浄手順・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	9
表 5:推奨薬品殺菌ガイドライン (室温)	١0
表 6: 推奨する熱水殺菌のプロセス要件	١0
表 7: バルク水の除去における条件	.2
表 8:最終乾燥工程での推奨処理時間とエアー流量	.3
表 9:分離膜モジュールの完全性試験手順書;分離膜モジュールを縦に設置	.3
表 10:分離膜モジュールの完全性試験での一般的な通気側の接続口から予測排出量範囲	.4
図一覧	
図 1:定期的/汚れ防止のための洗浄のフロー	7
図 2:重度の汚れに対する推奨洗浄フロー	8
図 3: 粒子状物質による汚れの場合のフロー	١0
図 4:推奨する熱水殺菌のフロー	.1
図 5: 中空糸内側と中空糸外側を組み合わせた洗浄フロー	.1
図 6:一次乾燥工程のフロー	.2
図 7:最終乾燥工程の推奨フロー	13

I.安全に関する情報

このマニュアルのすべての安全情報、警告、および指示を理解していただき、それに従ってください。すべての警告や指示に従わない場合、怪我や物的損害を引き起こす可能性があります。将来の参照のためにこの説明書は大切に保管をお願いいたします。

Ⅱ. 使用目的および制限事項

3 M™ Liqui-Cel™ 分離膜モジュール製品(以下、分離膜モジュール)は、液体に溶解した気体や気泡を除去、および液体に気体を溶解させるための製品です。該当する製品の説明書とデータシートに従い、分離膜モジュールを使用してください。食品および飲料製造で使用する場合にはデータシートを参照して、該当する分離膜モジュールが飲料および食品製造に使用できるかを確認してください。

分離膜モジュールで製造した精製水を蒸留またはその他の同等もしくはより高度な精製方法を用いて注射用水(以下、WFI)製造に利用することができます。しかし、分離膜モジュールを直接WFI製造工程には使用しないでください。

多くの要因が製品使用条件に影響を与える可能性があります。お客様ご 自身が、それぞれのアプリケーションで適切なリスク評価を行い、目的と するアプリケーションに適しているかどうかを判断してください。

制限事項:

上述のアプリケーション以外を当社は評価しておらず、使用に当たって安全でない、または意図しない状態になる可能性があります。そのため、指定された使用目的以外のアプリケーションに、分離膜モジュールを使用しないでください。また、分離膜モジュール、または分離膜モジュールからの抽出物または浸出物が薬品、化粧品、食品または飲料の添加物またはサプリメントの一部になるか、残留するような用途で使用しないでください。さらに、分離膜モジュールを医療器具として使用しないでください。

当社製品を制限事項の用途に使用を検討している場合は、まず、事前に、 当社に連絡し使用用途に適合しているのか、もしくは製品が供給できる のか、事前の書面にて確認する必要があります。

▼警告および注意表示

<u></u> 警告	回避しないと、重傷または死亡につながる危険な状況を示し ます。
<u></u> 注意	回避しないと、軽度または中程度の怪我につながる可能性がある 危険な状況を示します。
注記	回避しないと、製品またはシステムが損傷する可能性がある 状況を示します。

警告

分離膜モジュールの破裂および/または化学物質への接触による損傷に 関連するリスクを減らすには:

- ●分離膜モジュールの内圧の上昇を防ぐため、運転中にすべての通気側を塞いだり、バルブを閉めたりしないでください。分離膜モジュールを使用しない状態でもプロセス流体で満たされている場合は、通気側が大気圧に開放されていることを確認してください。
- 最大使用圧力または温度範囲を超えないでください。分離膜モジュールの洗浄も最大使用圧力と温度範囲を超えない範囲でおこなってください。
- ●製品を使用する国や地域の規制、法令に従って、職場の安全リスク管理を実施してください。
- ●配管接続は、製品を使用する国や地域の規制、法令に従って行ってく ださい。
- 分離膜モジュールがシステムに適切に接続されているかを必ず確認して ください。
- 分離膜モジュールを変更または改造しないでください。当社または書面で許可された者のみが機器の変更/修理を行うことができます。
- 設置または洗浄の前に分離膜モジュールを点検してください。部品を 交換する場合、当社が提供する交換部品のみを使用してください。
- 分離膜モジュールまたはガスケットに漏れ、 亀裂、またはその他の損傷の兆候がないことを確認してください。
- 分離膜モジュールを設置するシステムが、化学的に適合した材質を使用していることを確認してください。

スウィープガスまたは排気に関連するリスクを軽減するには:

製品を使用する国や地域の建築基準法および規制に従って適切な換気を含め、システムが適切に設置されていることを確認してください。

爆発に関連するリスクを減らすには:

- 分離膜モジュールまたは設置したシステムに危険な(爆発性、可燃性、 毒性または酸化性の)液体または気体を使用しないでください。
- 適切な圧力逃がし弁/安全システムを設置して、液体と気体の過剰な 圧力がかかることを防止してください。

衝撃、持ち上げ、または移動に関連するリスクを軽減するには:

- システムに液体が入っているとき、または動作中にシステムを移動させないでください。
- ●吊り上げまたは移動には、適切な定格の吊り上げ装置を使用してください。製品のデータシートまたは設計と操作ガイドラインの重量を確認してください。
- システムが転倒、転がり、落下、スライド、または怪我、ユニットの損傷、 あるいは他の装置の損傷を引き起こす可能性のある動きをしないことを 確認してください。必要に応じ冶具を使ってシステムを水平にしてくだ さい。

! 注意

システム表面が高温となった場合の関連するリスクを減らすには:

・操作中に分離膜モジュールまたは液体ラインに触れないでください。システムの表面が高温になる場合があります。

環境汚染に関連するリスクを減らすには:

●排気は安全な方法で、製品を使用する国や地域の規制に従って適切に 行う必要があります。

分離膜モジュールの損傷に関連するリスクを減らすには:

- 分離膜モジュールが配管と適切に接続されていることを確認し、洗浄 後にフランジを適切に締め付けてください。操作の前には、必ず設置 手順と施設方針に従ってシステムをチェックしてください。
- 分離膜モジュールのメンテナンス、サービス、または出荷の前に、分離膜モジュールからの排水と洗浄が適切に行われているかを確認してください。

注記

分離膜モジュールまたはシステムの損傷のリスクを減らすには:

- 分離膜モジュールを落としたり、叩いたり、衝撃を与えたりしないよう に注意してください。
- 分離膜モジュールに空気を流しながら使用する場合、温度は35°Cを超えないようにしてください。真空引きのみで使用する分離膜モジュールには適用されません。
- すべての分離膜モジュールについて、洗浄および操作中に中空糸内圧 が中空糸外圧を超えないようにしてください。
- 分離膜モジュールへの汚染物質の混入を防ぐために、乾燥した状態で 密封されたプラスチック袋または収縮包装材に保管を推奨します。
- ●分離膜モジュールは、49 °C以下の温度で乾燥した状態で保管してください。製品の寿命が短くならないように35 °C以下での保管を推奨します。
- 分離膜モジュールは常に凍結しない条件で保管してください。低温で 保管した場合は、使用前に室温に戻してください。
- 分離膜モジュールは、元の箱または他の不透明な箱に保管し、直射日 光が当たる場所には設置しないでください。
- ●配管荷重が過剰にかかることで延長部が曲がらないように、全ての樹 脂製ポート延長部をサポートする必要があります。
- ●分離膜モジュールの親水化リスクを減らすために、中空糸膜を界面活性剤、油、または洗剤溶液、酵素洗浄剤、アルコール、グリコール、アセトンなどの有機溶媒を接触させないでください。
- ●分離膜モジュールを保護するために、当社のより提供しております「水質基準と使用ガスのガイドライン」に従って、分離膜モジュールの前に設置するろ過装置を検査および保守する必要があります。
- ●懸濁物、生物学的汚染物質、または中空糸膜表面でのスケールの付着 や難可溶性塩類の沈殿は、分離膜モジュールの詰まりにつながる可能 性があります。

- ●中空糸外側の水圧は、分離膜モジュールの中空糸内側の気体圧より高 く維持する必要があります。
- ●洗浄液を希釈する場合にはろ過水、脱塩素水、脱イオン水を推奨します。 pHが変化するとCa、Mg、Fe、Alなどがシリカ(SiO₂)と難溶性化合物を形成、沈殿が発生し、中空糸膜表面を閉塞、または損傷させる可能性があります。使用する水にこれらの化合物が含まれていないことを確認してください。
- ●寿命になったら、製品を使用する国や地域の規制に従って、分離膜モジュールを適切に廃棄してください。
- ◆オゾン、塩素、過酸化水素、過酢酸などの酸化剤による中空糸膜の酸化のリスクを減らすために暴露時間を制限する必要があります。
- ウォーターハンマ (急な圧力上昇) を避けてください。

化学物質による危険に関する注意

分離膜モジュールに化学物質を使用する場合、危険な状態になる可能性があります。お客様は、化学物質のサプライヤーからの安全情報と適用される規制の関連要件を遵守し、お客様ご自身の職場の安全性、危険性、およびアプリケーション評価を実施する必要があります。この文書は、異なる化学物質のすべての安全性および/または安全な取り扱いの要件に対処することはできません。お客様は化学物質がその使用方法と危険に精通している人(例えば、有害物質のトレーニングを受けた人)のみ、および組織の安全プログラムおよび化学物質の物質安全に指定された適切な保護具を持っている人のみが使用することを保証する責任があります。お客様は化学物質の使用時の適合性ならびに環境の保護、およびそのような化学物質が関与する健康と安全に関するすべての責任を負う義務があります。

III.文書の目的

分離膜モジュールは、化学的または生物学的汚染物質またはスケールにより性能を失う場合があります。中空糸膜に付着する可能性のある汚染物質にはさまざまな種類があります。例えば、中空糸膜の疎水性機能が失われることにより、膜の性能が低下したり、完全に失われたりする可能性もあります。これは、中空糸膜が「濡れる」または激しく酸化されると発生する可能性があります。

次のセクションで説明する洗浄手順がガイドラインになります。 お客様の 実際の洗浄手順は中空糸膜の状態によって異なる場合があり、お客様ご とに洗浄手順を決める必要があります。 ただし、洗浄によってシステム の性能が完全に回復するとはかぎらない場合、 または、中空糸膜の寿命 を迎えた場合には分離膜モジュールの交換が必要になることに注意して ください。

洗浄にはいくつかのレベルとタイプがあります:

- ●定期的/汚れ防止のための洗浄
- 中程度の汚れに対する洗浄
- ●重度の汚れに対する洗浄
- ●スケール除去のための洗浄
- ◆粒子による目詰まりのための洗浄

以下で説明するすべての手順では、中空糸膜の液体と接触する側のみ洗 浄を行うことを前提としています。場合によっては、中空糸膜の気体の 接触面も洗浄する必要があります。

洗浄方法の選択時の重要な注意事項

強酸化剤を使用しないでください。 洗剤や界面活性剤を含む化学薬品は使用しないでください。

界面活性剤によって中空糸膜内に液体が入り込んでしまうようになります。この現象は、ブレークスルーまたはウェットアウトと呼ばれます。中空糸膜は通常、洗剤をすすぎ、その後、乾燥させることで疎水性の状態に戻すことができますが、これには時間がかかります

分離膜モジュールに付着する可能性のある様々な種類の汚染物質があります。化学洗浄剤、濃度、時間および流量等の洗浄方法は、お客様それぞれのシステムにあわせて設定する必要があります。このガイドラインに記載されている洗浄方法は、指針としての参考手順であり、それぞれの用途に合わせて洗浄方法をお客様ご自身で決める必要があります。このガイドラインでは、特に明記していない限り、中空糸膜の液体と接触している側の洗浄を目的としています。 洗浄方法についてのご相談は、当社営業担当者までお問い合わせください。

IV. 洗浄パラメーター

洗浄に影響するパラメーターは4つあります。

- 洗浄作業時間 (1回の時間と回数)
- ●温度
- 流体による中空糸膜表面における物理的せん断効果
- ●薬品の種類 (アルカリ、酸、アルコールなど) と洗浄性

これらの一部のパラメーターの変動が、別のパラメーターに影響を与えます。したがって、用途にあった洗浄方法を決めることが重要です。このガイドラインは、お客様の使用環境における洗浄方法の開発の手引きとしてご使用ください。お客様の業界で一般的に使用されている洗浄剤(酸化剤や界面活性剤を含まない)の使用を推奨します。

中空糸膜の基本性能を知るために、洗浄前に中空糸膜の性能を確認し、 洗浄前後の中空糸膜の性能を比較することを推奨致します。お客様の使 用条件での洗浄手順の確立に考慮すべき事項は以下の通りです。

●洗浄作業時間(1回の時間と回数)、温度、薬品濃度および流量は、 最適な中空糸膜の洗浄手順の決定に有効です。

- ●最大温度および圧力については、Liqui-Cel[™]製品のデータシートを参照してください。 苛性ソーダ溶液や硫酸を水で希釈する場合、酸と塩基の混合する場合、またはポンプ動作のように物理的または化学的反応で温度が上昇することを考慮に入れてください。
- パラメータを強めた洗浄手順では、中空糸膜を短時間で洗浄できますが、中空糸膜の寿命を縮めることもあります。

一般に、脱気効率の低下、または液体側、気体側の圧力抵抗値の上昇・降下を監視することにより、必要な洗浄頻度を決定することができます。通常、中空糸膜は次のいずれかが発生したときに洗浄します。(1) 出口側の溶存酸素濃度が、お客様が設定した管理上限に近づく、および/または(2)システム内の圧力抵抗値(DP)が、お客様が設定した管理上限を超えた場合。

V. 洗浄溶液の流量ガイドライン

表1は分離膜モジュールごとの、推奨洗浄液の流量です。中空糸の外側を洗浄する場合と、必要に応じて中空糸の内側を洗浄する場合の流量を示します。

表 1:洗浄流量ガイドライン

メニ・/////////// 11 / 12		
分離膜モジュール	中空糸外側流量 [㎡/hr]	中空糸内側流量 [㎡/hr]
2.5x8	0.23 - 0.45	≤ 0.11
4x13	0.91- 2.27	0.91 – 1.36
4x28	0.91 – 2.27	0.68 – 1.59
6x28	0.91 – 2.27	0.68 – 1.59
8x20	0.91 – 2.27	0.68 – 1.59
8x40	4.54 – 6.81	1.14 - 2.27
8x80	4.54 – 6.81	1.14 - 2.27
10x28	4.54 -9.08	2.27 – 4.54
14x28	11.36 - 13.63	2.27 – 4.54
14x40	11.36 - 13.63	2.27 – 4.54

洗浄水には、純水もしくは軟水を使用することをお勧めします。純水の使用が難しい場合には、Ca、Mg、Fe、AIなどの難溶性化合物やシリカ(SiO2)を含まないろ過した水、および脱塩素水を使用することができます。水のpHが変化すると、これらの化合物が中空糸膜の上に沈殿する可能性があるため、水質を確認することが重要です。

洗浄前に、洗浄液を分離膜モジュール全体にいきわたらせるため、背圧をかけます。 洗浄液の背圧を上げるには、出口側の流量調節バルブを

部分的に閉じます。洗浄中は背圧を維持する必要はありません。 記載されている流量は分離膜モジュール1本あたりの流量のガイドライン になります。汚れの状況に応じて、流量を調整する必要があります。

VI. 定期的/汚れ防止のための推奨洗浄手順

表2は、通常の水道水または地下水、地表水、海水などのその他の水を使用している分離膜モジュールの予防メンテナンスを目的とした定期的な洗浄の一般的な推奨方法を示しています。水質に応じて毎週または毎月の洗浄を推奨します。図1は、洗浄の一般的なフロー図を示しています。可能であれば、通常使用している水の流れの方向と逆にして洗浄することをお勧めします(逆洗浄)。

洗浄を始める前に、以下の値が範囲内にあり、性能の変動の原因ではないことを確認します。

- (a) 水温が設計値より変動が2°C以内
- (b) 分離膜モジュール内の真空度が設計値(試算した結果等)より 20%以内
- (c) 窒素流量と純度レベルが設計値内
- (d) 給水流量は設計値から10%以内

表 2: 定期的 / 汚れの防止のための推奨洗浄手順

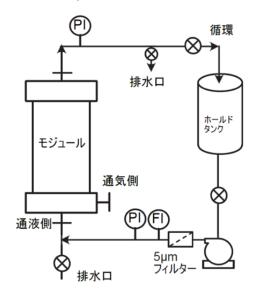
RO水または軟水を使用して、洗浄液を準備します。 界面活性剤を含む 市販のクリーナーは使用しないでください。

手順	操作	詳細	温度時間
1	水洗浄	5 μ m のフィルターでろ過した	室温
1	水流净	水で洗浄	5-15分
2	アルカリ洗浄	5 μm ろ過水で調製した pH 12 の NaOH または KOH 溶液で 循環洗浄。温水を使うことで	室温~40°C
2	7,1071,370(14	はり効果的な洗浄をすることが可能	30-60分 (浸漬も可)
3	3 排水(+5分間水洗浄してもよい)		
		5μmろ過水で調製した	室温
4	酸洗浄	pH1のクエン酸、硝酸、 リン酸、塩酸で循環洗浄	30-60分 (浸漬も可)
5	排水		
			室温
6	水洗浄	5 μ m の ろ過した水で洗浄	排水の pH が 中性になるまで
7		排水	

洗浄のヒント:

- 1. タンパク質等の物質を除去するためには、アルカリ溶液を使用して洗浄することをお勧めします。pHを確認して、洗浄中にアルカリ溶液の原液のpHより0.5低下した場合は、アルカリ溶液を追加します。通液したアルカリ溶液が変色した場合、または濁っている場合は、アルカリ溶液を新しい溶液に交換します。
- 2. 酸洗浄はスケールを除去し、またアルカリ成分の中和と除去にも役立ちます。 洗浄中に酸溶液の原液のpHよりも0.5上昇した場合は、酸溶液を追加します。酸溶液が変色した場合、または濁っている場合は、酸溶液を新しい溶液に交換してください。

図1:定期的/汚れ防止のための洗浄のフロー



VII. 中程度の汚れに対する推奨洗浄手順

上記の洗浄方法が性能を維持するのに効果的でない場合は、以下の表3 に示すように、溶液の濃度を上げるか、長時間洗浄します。

表 3: 中程度の汚れに対する推奨洗浄手順

手順	操作	詳細	温度
士順	採TF	ē∓ 於 山	時間
1	水洗浄	5 μmのフィルターでろ過した	室温以下
	小儿/子	水で洗浄	5-15分
2	アルカリ洗浄	5um ろ過水で調整した 2~6 w/w% のアルカリ溶液 (NaOHま	室温~50℃
2	ን ነሪካ ን ነነቤብ	たはKOH溶液)で循環洗浄	30-240分
3		排水	
4	酸洗浄	5 μm ろ過水で調製した 10 w/w% クエン酸、	室温
4	段/ル/子	1-6 w/w% 硝酸、リン酸、塩酸、 もしくは混合液での循環洗浄	30-120分
5	排水		
			室温
6	水洗浄	5μmのろ過した水で洗浄	排水のpHが
			中性になるまで
7	排水		
8	中空糸内側へ の気体導入 (オプション)	最大圧力条件や流量条件を超 えない範囲で分離膜モジュー ルに中空糸内側に気体や空気 を流す	15分以上もしく は通気側出口 から水滴が出な くなるまで

VIII. 重度の汚れに対する推奨洗浄手順

通常、液体側の表面洗浄は上記の洗浄手順で十分です。「VII.中程度の 汚れに対する推奨洗浄手順」を実施しても性能が回復しない場合、汚れ が中空糸膜の細孔内への付着・堆積している可能性があります。この場 合、下の表4および図2で説明する重度の汚れに対しての洗浄が必要に なる場合があります。この洗浄手順では、洗浄を行う前に中空糸膜を「親 水化」する必要があります。これにより中空糸膜が疎水性を失い、液体 が細孔を通過できる状態になります。界面活性剤を含む洗浄剤、有機溶 剤や、ビール、ワイン、フルーツジュースなどにおいてタンパク質を含有 している液体に中空糸膜がさらされた場合にも、親水化が発生する可能 性があります。中空糸膜の細孔に付着・堆積した汚れを除去すると、中 空糸膜が疎水性状態に戻ります。この洗浄手順では親水化にアルコール 水溶液を使用し、最終的に乾燥工程が必要です。この洗浄方法は、通 常使用環境で、常に実施できるとは限らない工程が必要になるため、中 空糸膜の性能が回復できない状態にある場合にのみ使用してください。 乾燥工程は、細孔に残っている液体を除去するために重要です。液体が 細孔に残っている場合、運転中に分離膜モジュールに液体を通液すると、 中空糸膜を通過してしまいます。したがって、分離膜モジュールを使用す る前に乾燥する必要があります。

図2:重度の汚れに対する推奨洗浄フロー

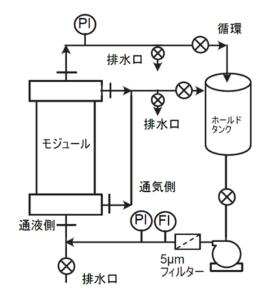


表 4: 重度の汚れに対する推奨洗浄手順

工师	↓ □ // -	=¥ ¢m	温度
手順	操作	詳細	時間
1	水洗浄	5 μ m のフィルターでろ過した	室温
1	小爪伊	水で洗浄	5-15分
2		排水	
3	膜の親水化	液体側に50%イソプロパノール水溶液またはエタノール水溶液またはエタノール水溶液で最大圧力の超えない範囲で圧力をかけて流し入れ、	室温
3	族の税が旧	両方の気体側の出入口にアルコール溶液が出てきたら、気体側の出入口を外して静置	60分以上
4	アルカリ洗浄	5 μm ろ過水で調製した 2-6 w/w %のアルカリ溶液	30~50 °C
<u>'</u>	7 7073 77675	(NaOHまたはKOH溶液)で 循環洗浄	60-240分
5	排水		
6	酸洗浄	常温の5μmろ過水で調製し た10 w/w % クエン酸、	室温
0	政 <i>/</i> 元/尹	1-6 w/w % 硝酸、リン酸、塩酸、 もしくは混合液で循環洗浄	60-120分
7	排水		
	_1, _\\	5 μmのフィルターでろ過した	室温
8	水洗浄	水で洗浄	中性になるまで
9		排水	
10	中空糸内側 への気体導入	最大圧力条件や流量条件を超 えない範囲で分離膜モジュー ルに中空糸内側に気体や空気 を流す	15分以上もしく は通気側出口 から水滴が出な くなるまで
11	乾燥	「XII. 乾燥工程」参照。乾燥に は不活性ガスの使用を推奨。 清浄度の高い乾燥した空気も 使用可能。	50 °C以下 「XII.乾燥工程」 参照
12		ルと膜の完全性試験 式験」の項を参照)	> 7m

IX.スケール除去の洗浄手順

原水からのシリカや炭酸カルシウムなどのミネラルの除去処理が行われていない場合、分離膜モジュール内の水と接触する側にスケール層が形成され、分離膜モジュールの性能が低下する可能性があります。炭酸塩由来のスケールの場合、酸洗浄とそれに続く水洗で性能が回復します。酸洗浄手順は、「VI 定期的/汚れの防止のための洗浄手順」を参照ください。表2および図1を参照して洗浄しますが、ステップ2および3(アルカリ洗浄および水洗浄)は行う必要がありません。この手順の後、分離膜モジュールを乾燥させる必要はありません。

シリカ沈殿によるスケールの場合は、「VII 中程度の汚れに対する推奨洗浄手順」の表3を参照して、より高いアルカリ濃度(最大6 w/w%)を使用し、洗浄液の温度を最大まで上げて洗浄します。可能であれば、洗浄液の流量は、通常の運転と同じ流量で行ってください。この手順の後に分離膜モジュールを乾燥させる必要はありません。

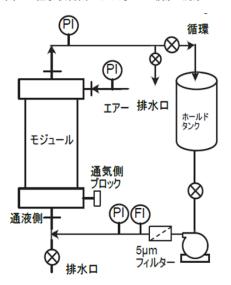
X. 粒子状物質による汚れの場合の洗浄手順

注:この手順は、 $3M^{m}$ Liqui-Cel m 分離膜モジュール EXF シリーズを対象としています。 SP シリーズの場合は、手順1と2のみに従ってください。 下の図3を参照してください。

下記のように洗浄します。洗浄方法は、「V 洗浄溶液の流量ガイドライン」 および「VI 定期的/汚れの防止のための推奨洗浄手順」の手順に従い洗 浄してください。

- 1. 逆洗浄をします (通常の運転方向とは逆の方向に洗浄液を導入します)。 入口液体圧力として 0.1 ~ 0.2 MPa をかけて洗浄してください。
- 2. 洗浄液が分離膜モジュールに入ったら、通気側に設置したバルブを閉じます。次に、清浄度の高い乾燥したオイルフリーの圧縮空気をもう一方の通気側にゆっくりと導入します。気体圧の急上昇を避けてください。 空気圧力が中空糸側の耐圧を超えないようにしてください。
- 3. 空気によって洗浄液に激しく泡立つように、空気圧を0.04~0.08 MPa 程度、液体圧力より高く設定します。この手法は、粒子による汚れを 除去しようとするときの空気の泡立ちに対してのみ有効です。通常の 操作中、液体の圧力は常に気体の圧力より高く設定する必要がありま す。
- 4. 浄後、まず空気の供給を止め、次に通気側のバルブをゆっくりと開き、それから液体側の流れを止めます。

図3:粒子状物質による汚れの場合の洗浄フロー



XI. 分離膜モジュールの殺菌

殺菌は、病原体、酵母、その他の生物学的物質を減らすことにより、分離膜モジュールが使用される工場での微生物学的、化学的、物理的危険の発生を減らすことを目的としています。「V 洗浄溶液の流量ガイドライン」、「VI 定期的/汚れ防止のための推奨洗浄手順」、および「VII 中程度の汚れに対する推奨洗浄手順」のいずれかの適切な洗浄後、分離膜モジュールを再使用する前に殺菌します。薬品を使用した洗浄を実施しない場合でも、殺菌を定期的に行う場合があります。以下の2種類の方法があります。

- 薬品殺菌
- 熱水 (85°C) 殺菌

なお、蒸気は使用しないでください。

ベータまたはガンマ放射線滅菌法を使用しないでください。

薬品殺菌

表5は、殺菌用途としての薬品ごとの通常推奨される濃度と洗浄時間を示します。 これらの薬品は、使用するごとに中空糸膜を徐々に酸化させるため、使用量をできるだけ少なくする必要があります。

毎日、殺菌が必要な場合、推奨できるのはアルカリ洗浄または熱水殺菌になります。アルカリ洗浄の濃度と洗浄方法は、「VI. 定期的/汚れ防止のための推奨洗浄手順」をご覧ください。

表 5: 推奨薬品殺菌ガイドライン (室温)

薬品	最大濃度	洗净時間	処理頻度
塩素*	100 ppm	15分	月1回
過酸化水素	3 %	15分	月1回
過酢酸	50 ppm	15分	月1回

^{*}次亜塩素酸は高pHのみ。二酸化塩素は使用しないでください。

熱水殺菌

薬品を使用した洗浄を実施しない場合でも、分離膜モジュールの熱水殺菌手順は、以下のガイドラインに従って行ってください。 概略フロー図については、図4を参照してください。

熱水殺菌は、一般的に医薬品および食品および飲料業界での微生物の 増殖を防ぐために使用されます。 予防措置として頻繁に実施されている 熱水殺菌は、米国薬局方 (USP) および欧州薬局方 (Ph. Eur.) の高純 度水 (HPW) の要件です。

ステンレスハウジング製の分離膜モジュールのみ 熱水殺菌を行うことができます。 EXFシリーズのうち、4x13、4x28、8x20、10x28サイズが対応します。 次の表6に、熱水殺菌の推奨条件を示します。

表 6: 推奨する熱水殺菌のプロセス要件

水温	最大85℃	
水圧	最大 0.2 MPa	
加熱/冷却速度	2-3 ℃/分	
殺菌時間	殺菌温度に到達してから30-60分	
	4 x 13	1 L/min
熱水殺菌時の推奨	4 x 28	1 L/min
最小気体流量	8 x 20	2 L/min
	10 x 28	2 L/min
真空/エアスウィープ	熱水殺菌中は運転しないこと	

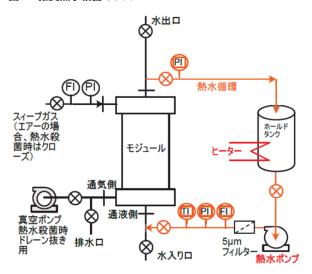
熱水殺菌をする前に、以下の運転モードを確認お願いします。

- 真空モード (真空引き運転)
- スウィープガスモード (ガス導入運転)
- コンボモード (ガス導入真空引き運転)

分離膜モジュールが真空モードまたはコンボモードで動作している場合、 熱水殺菌をする前に、真空引きを停止する必要があります。

分離膜モジュールがコンボモードまたはスウィープモードで動作している場合、高温時に空気中の酸素による中空糸膜の酸化を防ぐために、スウィープガスの供給を停止する必要があります。 スウィープガスとして窒素や二酸化炭素などの不活性ガスを使用する場合は、スウィープガスは最小流量を維持する必要があります。例えば、熱水殺菌中は、10x28サイズの場合、最小2 L/minの気体流量が推奨されます。高温の熱水殺菌をする場合、分離膜モジュールをプロセスラインから温水ラインに接続します(図5を参照)。スウィープガスが最小流量以上流れていることを確認します。熱水殺菌中は通気側の出口を開いたままにしてください。

図4:推奨熱水殺菌のフロー



次の手順に従ってください:

- 1. 分離膜モジュールに水を循環させます。 水が循環しながら80-85 ℃ に達するまで、毎分2-3 ℃の割合で水をゆっくりと加熱します。 最高 温度は30~60分間維持する必要があります。 熱水温度は85 ℃を超えないようにしてください。
- 2. 熱水の再循環中、通気側の出口から凝縮水がゆっくりと滴下してきます。これは、熱水殺菌中に熱水蒸気が中空糸膜の細孔を通過して中空糸内側に入り込み凝縮するためです。 凝縮速度は液温に依存し最大0.2 MPa ます。
- 3. 分離膜モジュールに流す熱水の流量は重要ではありませんが、分離膜モジュールごとに設定されている最小流量での運転を推奨します。たとえば、10x28サイズの分離膜モジュールの場合、最小流量は10m³/hになります。分離膜モジュールの液体側の圧力は最大水圧0.2MPaを超えないようにしてください。
- 4. 熱水殺菌後、毎分2-3 ℃の速度で水をゆっくりと冷却します。冷却後、スウィープガス流量を調整してから、真空引きを運転します。図4を参照ください。
- 5. 熱水殺菌後にスウィープガスを供給、もしくは真空引きをすると、大量の凝縮水が真空引き側に出てくる場合があります。これは、中空糸内側が水蒸気の凝縮水で満たされているためです。水封式の真空ポンプを使用している場合を除き、真空ポンプを保護するために、真空ポンプの前に液体用のトラップを設置する必要があります。

冷却後に中空糸内側の水蒸気を除去するには、真空引きを開始する前に、0.05 MPa以下の入口気体圧力で5-10分間程度スウィープガスを流すことをお勧めします。ただし、不活性ガスが利用できない場合は、分離膜モジュールを冷却してから真空引きを開始するようにしてください。また、分離膜モジュールは垂直に設置することをお勧めします。通常運転時に真空引きを利用している場合、分離膜モジュールの下部の通気側から真空引きをする必要があります。あわせて下向きに流すスウィープガスにより、排水を促進することができます。

中空糸内側 (気体側) の洗浄

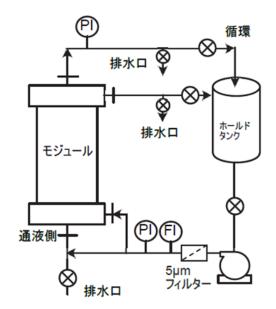
これまでの洗浄手順は、中空糸外側の洗浄になります。これは、中空糸膜の液体の接触側が最も汚れやすいためです。 24時間年中無休で稼働する装置の場合、通常、通気側は不活性ガスを使用しており、微生物の増殖はありません。連続稼働ではない場合、または長時間にわたって水で満たされた状態で静置している場合は、常に微生物の増殖を防ぐ、もしくは除去するために特別な予防措置を実施する必要があります。

菌の増殖は、分離膜モジュールの破れよる液体の漏れにより、時間の経過とともに生じる可能性があります。ソフトドリンク、ビール、ワイン、ジュースなどの飲料市場でのプロセスにおいては、中空糸の内側の洗浄を頻繁に行う必要があります。

中空糸内側の洗浄が必要な場合は、「V 洗浄溶液の流量ガイドライン」 中の表1の中空糸内側の流量を参照してください。中空糸内側を通る場合、抵抗値が上がるため、中空糸外側に比べて中空糸内側の液体流量 は低くする必要があります。 洗浄フローについては、図5を参照してください。

中空糸内側の洗浄時は、急激な圧力上昇を避けるために液体溶液をゆっくりと流し、入口の液体圧力は0.2~0.3 MPaを超えないようにしてください。

図5:中空糸内側と中空糸外側を組み合わせた洗浄フロー



殺菌剤のガイドライン

供給水への殺菌剤の添加は、中空糸膜表面での微生物の増殖や発生を制御することを目的としています。中空糸膜の酸化と寿命の低下を最小限に抑えるため、非酸化性の殺菌剤をお勧めします。一定の期間において、中空糸膜に影響しなかった殺菌剤の一例として、第4級アンモニウム、2,2-ジブロモ-3-ニトリロプロピオンアミド (DBNPA)、グルタルアルデヒド、ヒドロキシメチルホスホニウム硫酸塩があります。

XII.乾燥方法

乾燥方法は以下の2つの手順があります。

A. 一次乾燥工程 (水の除去)

B. 最終乾燥工程

一次乾燥工程は、乾燥した気体を流す前に分離膜モジュールから水をある程度除去します。残留している液体を事前に除去することで、最終乾燥工程を短縮することができます。最終乾燥の目的は、水を蒸発させることです。乾燥空気、窒素、二酸化炭素を使用することができます。流量と乾燥時間は表7と表8を参考にしてください。



密閉した環境において、スウィープガスの流出や真空引きの排気による 窒息のリスクを低減するため:

製品を使用する国や地域の建築基準や法規制で適合した換気環境にシステムが適切に設置されているか確認してください。

! 注意

表面が高温になることによるリスクを低減させるために:

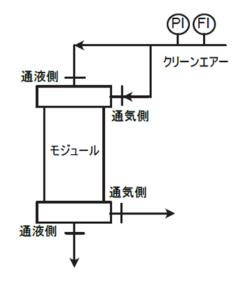
・操作中は分離膜モジュールまたは液体ラインに触れないでください。 表面が熱くなっている可能性があります

室温環境での真空引きでは、数時間後でも水が残る可能性があるため、 乾燥の代替としては推奨しません。

A. 一次乾燥工程 (水の除去)

洗浄後の乾燥時間を短縮するために、室温のガス (通常は空気) 短時間 (一般には1時間以下) パージします。分離膜モジュールの上側の液体接続部および気体接続部より、ガスを導入します (図6を参照)。0.2 μm のフィルターでろ過したきれいで乾燥したガスを表7の流量条件で使用します。分離膜モジュールの下側の液体接続部と気体接続部は開いたままにします。

図6:一次乾燥工程のフロー



分離膜モジュールの下部より出てくる水が数滴になったら、気体を止めます。 通常は1時間以内で終了します。

表7:バルク水の除去における条件

分離膜モジュール	気体流量*(㎡/h)
2.5x8	1.7-5.1
4x13	8.5-17
4x28、6x28、8x20	17-34
8x40	34-68
8x80	68-136
10x28	34-85
14x28	51-102
14x40	85-170

^{*}耐圧は0.07 MPaです。

B. 最終乾燥工程

最終乾燥工程では、分離膜モジュールの上側の液体接続部より、0.2 μm のフィルターでろ過した清浄度が高く乾燥し、オイルを含まない気体を使用します。温かい気体を使用すると、乾燥時間が短くすることが出来ます。ただし、高温の気体は中空糸膜の寿命を短くする可能性があるため、窒素の使用を推奨します。図7に最終乾燥工程のフロー図と表8と流量と乾燥時間のガイドラインを参照してください。気体を流して2-3分後に分離膜モジュールの下側の液体接続部は閉じ、そのままにします。

図7:最終乾燥工程の推奨フロー図

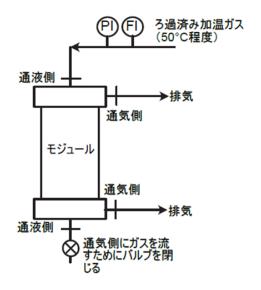


表8:最終乾燥工程での推奨処理時間とエアー流量

分離膜モジュール	気体流量*(N ㎡/h)	50°Cでの乾燥時間
2.5x8	1.7-5.1	1
4x13	5.1-10.2	4
4x28、6x28、8x20	8.5-34	8
8x40	34-68	16
8x80	34-68	24
10x28	34-85	16
14x28	51-102	24
14x40	85-170	24

^{*}耐圧は0.2 MPaです。

XIII. 分離膜モジュールの完全性試験

分離膜モジュールを洗浄、乾燥させた後、完全性試験を実施して、分離膜モジュールの疎水性が回復したことを確認することをお勧めします。完全性試験で分離膜モジュールの完全性を検証することができます。この試験は、垂直に分離膜モジュールを設置します。そして、液体側に水を流し加圧した時に、分離膜モジュールの下部の通気側接続部より出る水滴量を測定することで完全性を検証することができます。表9に完全性試験の手順を示しています。完全性試験は分離膜モジュールの内側を水で加圧することから始まります。中空糸内側に漏れ出るような液体を使用しないでください。この操作の間、少量の水が中空糸外側から中空糸内側に通過し、通気側の接続部から出ることは正しい現象です。表10には、一般的な環境温度での、それぞれのサイズの分離膜モジュールごとの予測排出量を示しています。排出量は中空糸の種類によっても異なります。

表 9:分離膜モジュールの完全性試験手順書; 分離膜モジュールを縦に設置

手順	内容
1	通気側の圧力を下げて、窒素またはオイルフリーの空気で中空糸内側に残留している水を除去します。中空糸内側を大気圧条件にするために通気側のバルブは開放してください。
2	通液側の出口側のバルブを閉じます。
3	5μmのろ過精度のフィルターでろ過した水で液体側を満たします。次に液体側にゆっくりと 0.4 MPa まで加圧します。
4	通気側の下部接続口からの水の滴下量を1時間測定し、 表10と比較します。
5	通液側の出口側のバルブをゆっくり開いて、中空糸外側の 圧力を解放します。

表 10:分離膜モジュールの完全性試験での一般的な通気側の 接続口から予測排出量範囲

中空糸膜 モジュール	中空糸タイプ別の一般的な滴下率 (mL/hr)		
	X50	X40	XIND
2.5x8	<3	<1	N/A
4x13	6-13	2-4	N/A
4x28	17-33	4-8	N/A
6x28	34-69	9-17	N/A
8x20	43-86	11-21	11-21
8x40	N/A	26-52	N/A
8x80	N/A	52-104	N/A
10x28	106-212	26-53	106-212
14x28	186-373	47-93	N/A
14x40	283-565	71-141	N/A

完全性試験の水温が周囲温度よりも高い場合、排出量は表10の値より も高くなる可能性に注意してください。

表 10 に示した排出量よりも大きく超える場合には、分離膜モジュール完全性が損なわれている可能性があります。

分離膜モジュールの完全性が損なわれることにより、予想排出量よりも 多くなるには以下の3つの理由が考えられます。

- 膜が親水化している
- 中空糸膜の破損/カートリッジの損傷
- 0リングの不良

ビール、ジュース、ワインのようにタンパク質や界面活性剤を含む溶液、またはその他の分離膜モジュールを通過してしまう有機溶液を使用した時は、中空糸膜の親水化がおこります。通常、分離膜モジュールを洗浄することで中空糸膜の疎水性を回復させることができます。完全性試験を行うことで、中空糸膜の疎水性の回復を確認することができます。

中空糸膜の破損/カートリッジの損傷は、中空糸膜の酸化や分離膜モジュールに過剰な圧力がかかることにより起こりえます。このような場合、損傷を回復させることはできません。分離膜モジュールまたはカートリッジを交換する必要があります。

Oリングの不良は、Oリング自体の損傷や変形が原因と考えられます。この問題は、Oリングを交換または再装着することで解決する場合があります。詳細については、弊社の担当者にお問い合わせください。

XIV. 分離膜モジュールの保管および取り扱いの ガイドライン

分離膜モジュールを洗浄、完全に乾燥させた後、再使用するまで分離膜 モジュールを保管することができます。

乾燥が十分にできない場合、分離膜モジュールは中空糸内部と外側の両 方をメタ重亜硫酸ナトリウムまたは希苛性溶液などの防腐剤とともに保 管する必要があります。

容器:洗浄と乾燥が完了した後、汚染物質が分離膜モジュールへの混入を防ぐために、すべての接続部を閉じたまま、乾燥した密封可能なプラスチック袋または収縮包装材で梱包、保管を推奨します。

温度:分離膜モジュールは、49 $^{\circ}$ C以下の温度で乾燥した状態で保管してください。分離膜モジュールの寿命が短くならないように35 $^{\circ}$ C以下での保管を推奨します。分離膜モジュールは常に凍結しない条件で保管してください。5 $^{\circ}$ C以下で保管した場合は、室温に戻してから使用してください。

直射日光:分離膜モジュールは、元の箱または他の不透明な箱に保管し、 直射日光が当たる場所に保管しないでください。

保管と取り扱い:持ち上げまたは移動させる場合には、適切な性能の吊り上げ装置を使用してください。

https://www.3mcompany.jp/3M/ja_JP/liquicel-jp/ にある 製品データシートまたは操作ガイドラインで重量を確認してください。

分離膜モジュールは水平に保管してください。ステンレス製ハウジングの10x28インチの分離膜モジュールは段ボール箱または木箱に梱包しています。FRPハウジングの14x28インチ、10x28インチ、8x20インチおよび6x28インチの分離膜モジュールは段ボール箱に梱包されています。8x40インチおよび8x80インチの分離膜モジュールは個別に袋に入れられ、パレットに載っています。分離膜モジュールは落下、粉砕、または衝撃を受ける危険性のない安全な場所に保管する必要があります。分離膜モジュールおよび分離膜モジュールを使用するシステムは、常に安定した環境で、水平に適切に固定されていることを確認してください。分離膜モジュール/システムが転倒、落下、滑り、それによる怪我、ユニットの損傷、または他のシステム構成部品の破損を引き起こす可能性のある様な動作をしないことを確認してください。

保管の詳細については、分離膜モジュールのスタートアップガイドと設計 および操作ガイドラインを参照してください。

XV. 分離膜モジュールを返送する際の洗浄手順

分離膜モジュールを分析のために弊社に返送する必要がある場合は、分離膜モジュールを洗浄して乾燥させる必要があります。分離膜モジュールを返送頂く前に、所定フォームを弊社より入手する必要があります。分離膜モジュールを返送する際は、以下の手順に従って手続きをお願いいたします。

- ●所定フォームを弊社より入手ください
- ●水、空気、窒素、酸素、二酸化炭素を使用した場合は、分離膜モジュールを洗浄して乾燥させ、漏れのない清潔なプラスチック袋に入れます。
- ●配送ボックスの外側に必ず弊社より提供いたします番号の記入をお願いいたします。
- ●上記以外の液体を使用した場合、前述の「VI 定期的/汚れ防止のための推奨洗浄手順」に従ってください。使用した液体の製品安全データシート(SDS)をご準備ください。

分離膜モジュールを人間の血液または血液製剤に使用しないでください。



3Mが管理できず、ユーザー独自の知見と管理下にある多くの要因が特定の用途における3M製品の使用と性能に影響を及ぼし得ます。したがい、お客様は労働災害に関するアセスメントの実施及び適用されるすべての法規制(例:OSHA、ANSI等)に 関する適合性のレビューを含む、お客様所定の用途への本製品の適合性の評価と決定について単独で責任があります。3M製品及び適切な安全保護製品を正しく評価、選定しないこと、又は安全性に関して適用されるすべての法規制を遵守しないこ とにより、傷害、疾病、死亡及び/または財産の損傷が発生する可能性があります。

保証、教済の制限、免責: 本書記載とは異なる保証が、対象となる3M製品の包装または製品に関する文書(当該保証が適用される場合において)に特に記載されていない場合には、3Mからの出荷時点において当該3M製品が、適用される仕様に適合していることを保証し

第二の地球と 法令によって禁止される場合を除き、上記の制限された救済を除いては、3Mは、法律上または衡平法上の法理論に基づく主張であるかに関係なく、3M製品から生じる直接的、間接的、特別的、付随的、結果的な損失または損害(逸失利益またはビジネス上の機会損失を含みますがこれに限られるものではありません)について、保証責任、契約責任、過失または厳格責任を含むがこれに限られない責任を一切負いません。 3M、Liqui-Celは、3M社の商標です。



スリーエム ジャパン株式会社 フィルター製品事業部 http://www.3mcompany.jp/filter/

カスタマーコールセンター 製品のお問い合わせはナビダイヤルで **2**.0570-011-211 8:45~17:15 /月~金(土日祝年末年始は除く)