

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2009-509762

(P2009-509762A)

(43) 公表日 平成21年3月12日(2009.3.12)

(51) Int. Cl.		F I		テーマコード (参考)	
CO2F	1/28	(2006.01)	CO2F 1/28	F	4D624
CO2F	1/00	(2006.01)	CO2F 1/28	D	
			CO2F 1/00	L	

審査請求 有 予備審査請求 未請求 (全 15 頁)

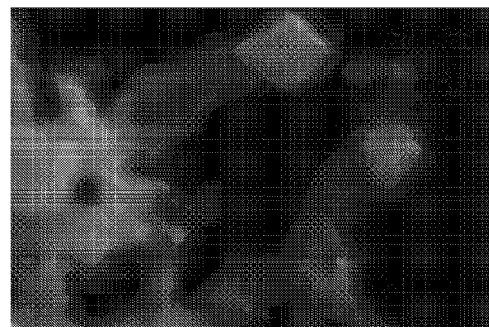
(21) 出願番号	特願2008-534127 (P2008-534127)	(71) 出願人	506361889
(86) (22) 出願日	平成18年10月2日 (2006.10.2)		ピュール、ウォーター、ピュリフィケーション、プロダクツ、インコーポレーテッド
(85) 翻訳文提出日	平成20年4月4日 (2008.4.4)		PUR WATER PURIFICATION PRODUCTS, INC.
(86) 国際出願番号	PCT/IB2006/053597		アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナティ
(87) 国際公開番号	W02007/042965		ー、ワン、プロクター、アンド、ギャンプル、プラザ
(87) 国際公開日	平成19年4月19日 (2007.4.19)	(74) 代理人	100075812
(31) 優先権主張番号	11/246,372		弁理士 吉武 賢次
(32) 優先日	平成17年10月7日 (2005.10.7)	(74) 代理人	100091487
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 中村 行孝
		(74) 代理人	100094640
			弁理士 紺野 昭男

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 活性炭粒子及び表面炭素ナノフィラメントを組み入れた浄水器及び方法

(57) 【要約】

飲料水を製造するためのフィルタ（20）は、水流入口（24）及び水流出口（26）を有するハウジング（22）、及び前記ハウジング（22）内に配置されるフィルタ材料（28）を含む。前記フィルタ材料（28）は、活性炭粒子、及び活性炭粒子の表面上に設けられた複数の炭素ナノフィラメントを含む。前記フィルタ（20）は、ハウジング（22）の前記水流入口（24）から前記水流出口（26）へと流れる液体の水 flow から汚染物質を除去することにより飲料水を提供するために動作可能である。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

水流入口及び水流出口を有するハウジングと、

前記ハウジング内に配置されたフィルタ材料であって、活性炭粒子、及び前記活性炭粒子の表面に設けられた複数の炭素ナノフィラメントを特徴とするフィルタ材料とを特徴とする、飲料水を製造するためのフィルタであって、

前記フィルタが、前記ハウジングの前記水流入口から前記水流出口へと流れる液体の水流から汚染物質を除去することによって飲料水を提供するために動作可能である、フィルタ。

【請求項 2】

前記活性炭粒子がミクロ細孔、メソ細孔、又はそれらの組み合わせを含む、請求項 1 に記載のフィルタ。

【請求項 3】

前記活性炭粒子が、木系活性炭粒子、石炭系活性炭粒子、泥炭系活性炭粒子、ピッチ系活性炭粒子、タール系活性炭粒子、又はそれらの組み合わせを含む、請求項 1 又は 2 に記載のフィルタ。

【請求項 4】

前記活性炭粒子が繊維、球体、不規則な形状の粒子、又はそれらの組み合わせを含む、請求項 1 ～ 3 のいずれか一項に記載のフィルタ。

【請求項 5】

前記活性炭粒子が $0.1 \mu\text{m} \sim 10 \text{mm}$ の寸法を有する、請求項 1 ～ 4 のいずれか一項に記載のフィルタ。

【請求項 6】

前記炭素ナノフィラメントが、単一壁ナノチューブ (SWNT)、二重壁ナノチューブ (DWNT)、複数壁ナノチューブ (MWNT)、ナノフィラメント、ナノリボン、ナノホーン、又はそれらの組み合わせを含む、請求項 1 ～ 5 のいずれか一項に記載のフィルタ。

【請求項 7】

前記フィルタが最大 $8 \text{L} / \text{分}$ までの水の流速に対応するように構成されてなる、請求項 1 ～ 6 のいずれか一項に記載のフィルタ。

【請求項 8】

請求項 1 ～ 7 のいずれか一項に記載のフィルタを提供し、水流を前記フィルタ材料を通して汚染物質を除去し、それにより飲料水を製造することを特徴とする、飲料水の製造方法。

【請求項 9】

活性炭粒子を用意し、

前記活性炭粒子の表面上に、少なくとも部分的に 1 つ以上のナノフィラメント前駆体を堆積させ、

前記活性炭粒子及び堆積されたナノフィラメント前駆体を炭素質蒸気の存在下で攪拌し、そして

前記粒子の表面上に炭素ナノフィラメントを有する活性炭粒子を含むフィルタ材料を製造するのに十分な温度及び時間で、前記活性炭粒子及び前記堆積されたナノフィラメント前駆体を炭素質蒸気の存在下で加熱する

ことを特徴とする、飲料水を製造するためのフィルタ材料の製造方法。

【請求項 10】

炭化炭素粒子を用意し、

前記炭化炭素粒子の表面上に、少なくとも部分的に 1 つ以上のナノフィラメント前駆体を堆積させ、

前記炭化炭素粒子及び堆積されたナノフィラメント前駆体を炭素質蒸気の存在下で攪拌し、

10

20

30

40

50

前記炭化炭素粒子の表面上に炭素ナノフィラメントを製造するのに十分な温度及び時間で、前記炭化炭素粒子及び前記堆積されたナノフィラメント前駆体を炭素質蒸気の存在下で加熱し、そして

前記炭化粒子及び炭素ナノフィラメントを加熱又は化学的処理することによって前記炭化炭素粒子を活性化して、前記粒子の表面上に炭素ナノフィラメントを有する活性炭粒子を含むフィルタ材料を得る

ことを特徴とする、飲料水を製造するためのフィルタ材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は浄水器に関し、詳細には、粒子表面に活性炭粒子及び炭素ナノフィラメントを含むフィルタ材料を使用する浄水器、及び浄水器の作製及び使用方法に関する。更に詳細には、浄水器は、水流から汚染物質を除去して飲料水を提供することを目的とする。

【背景技術】

【0002】

水は、例えば、微粒子類、有害な化学物質類、並びに細菌、寄生生物類、原生動物及びウイルス類などの微生物学的有機体類を含む、多くの異なる種類の汚染物質類を含有する場合がある。様々な状況で、水が使用できるようになる前に、これらの汚染物質を除去しなければならない。例えば、多くの医療用途及び特定の電子部品の製造では、極めて純粋な水が必要である。より一般的な例としては、水が飲用に適する、即ち、摂取に適するようになるまで、いかなる有害な汚染物質も水から除去しなければならない。近代的な浄水手段にも関わらず、一般集団は危険に曝されており、特に、乳幼児や免疫不全の人はかなりの危険に曝されている。

【0003】

米国及びその他の先進国では、自治体が処理した水は典型的には：懸濁固形物、有機物などの汚染化学物質、重金属、及びバクテリア、寄生生物、及びウィルスなどの微生物学的汚染物質の不純物の1つ以上を様々なレベルで含んでいる。水処理システムに伴う故障及びその他の問題は、これら汚染物質の不十分な除去をもたらすことがある。他の国々では、人口密度の増大、水資源の更なる不足、及び水処理施設がないために、汚染した水に曝されることに伴う致命的な結果が生じている。飲料水の水源はヒトや動物の排泄物の付近に存在することが一般的であるため、微生物学的汚染が主な健康上の懸念事項となる。水系の微生物学的汚染の結果、毎年推定六百万人が死亡し、その半分は5歳未満の子供である。

【0004】

飲料水の中の一般汚染物質の濃度の低減が、地方自治体の処理施設及び家庭で、POE (point - of - entry (POE)) 水フィルタ及び／又はPOU (point - of - use) 水フィルタを用いて行なわれている。家庭用浄水器での濃度の低減は、機械的な濾過（すなわち、いくつかの微粒子類、寄生生物類、及びバクテリア類に対するサイズ排除）、及び吸着（すなわち、化学物質類、いくつかの微粒子類、寄生生物類、バクテリア類、及びウィルス類に対して）によって達成されている。家庭用浄水器にとって濃度低減レベルは、流量、フィルタの容量及び形状、流入濃度レベル、並びに濾過媒体の捕捉動力学及び容量に依存する。本発明の目的のため、媒質の捕捉動力学及び容量は用語「捕捉効率」に包含される。さらに、家庭用浄水器による濃度低減レベルが、検査基準及びプロトコルにおいて、様々な国内又は国際的組織（例えば、米国環境保護局（U.S. Environmental Protection Agency）－EPA、国際衛生財団（National Sanitation Foundation）－NSF、及び世界保健機関（World Health Organization）－WHO）によって要求される水準に達する場合、かかる浄水器はこれら組織によって登録されて適切な登録番号を付けることができる。同様の試験及び基準が空気清浄器にも当てはまる。

【0005】

例えば、EPAは「微生物学的浄水器の試験に関する指針基準及びプロトコル」を19

10

20

30

40

50

87年に発表した。このプロトコルは、公共又は個人の給水における健康に係る特定の汚染物質を低減するために設計された飲料水処理システムの機能に関する最低必要条件を制定している。この必要条件是、課題の水に対して、給水源からの流出水がウィルス99.99%（又は、同等には4log）の除去、及び細菌99.9999%（又は、同等には6log）の除去を示すことである。EPAプロトコルでは、ウィルス類の場合、流入濃度は1リットル当りのウィルス数が 1×10^7 でなければならず、細菌類の場合、流入濃度は1リットル当りの細菌数が 1×10^8 でなければならない。給水における大腸菌（E. coli、バクテリア）の蔓延により、及びその摂取に伴う危険のため、この微生物は大部分の研究におけるバクテリアとして用いられている。同様に、MS-2バクテリオファージ（又は、単にMS-2ファージ）は、その大きさ及び形状（すなわち、約26nm及び20面体）が多くウィルスと類似しているため、一般にウィルス除去のための代表的な微生物として使用される。そのため、MS-2バクテリオファージを除去するフィルタの能力は、他のウィルスを除去する能力を実証する。

10

【0006】

NSFによって制定された、化学物質及び微粒子濃度還元低減のための同様のプロトコル及び／又は基準がある。例えば、NSF/ANSI基準42は、例えば、塩素などの特定の審美的又は健康に関連しない汚染物質、味及び臭い、並びに微粒子類を低減するためにデザインされたPOU及びPOEシステムをカバーしている。同様に、NSF/ANSI基準53は、例えばクリプトスポリジウム、ジアルジア属、鉛、揮発性有機化学物質（VOC）、及びメチル第三級ブチルエーテル（MTBE）などの特定の健康に関連する汚染物質を低減するためにデザインされたPOU及びPOEシステムの健康影響をカバーしている。

20

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

飲料水の質を改善することに対するこれらの要求及び一般的興味により、水流から汚染物質を除去することのできる改善されたフィルタ及びフィルタ材料を提供したいという継続的な要望、並びにフィルタ材料及びフィルタ材料を組み入れるフィルタの改善された製造及び使用方法を提供したいという継続的な要望が存在する。

【課題を解決するための手段】

30

【0008】

第一の実施形態によると、飲料水を製造するためのフィルタが提供される。前記フィルタは、水流入口及び水流出口を有するハウジング、並びに前記ハウジングの中に配置されたフィルタ材料を含む。前記フィルタ材料は、活性炭粒子、及び前記活性炭粒子の表面上に設けられた複数の炭素ナノフィラメントを含む。前記フィルタは、前記ハウジングの水流入口から水流出口へと流れる液体の水流から汚染物質を除去することにより飲料水を提供するために動作可能である。

【0009】

第二の実施例によると、飲料水を製造するための方法が提供される。前記方法は、水流入口及び水流出口を有するハウジング、並びに前記ハウジングの中に配置されたフィルタ材料を含むフィルタの提供を含む。前記フィルタ材料は、前記活性炭粒子の前記表面上に設けられた複数の炭素ナノフィラメントを含む。前記方法は、前記フィルタ材料に水流を通して汚染物質を除去し、それにより飲料水を製造することを更に含む。

40

【0010】

第三の実施形態によると、飲料水を製造するためのフィルタ材料の製造方法が提供される。前記方法は、活性炭粒子を用意し、前記活性炭粒子の表面上に、少なくとも部分的に1つ以上のナノフィラメント前駆体を堆積させ、前記活性炭粒子及び前記堆積されたナノフィラメントの前駆体を炭素質蒸気の存在下で攪拌し、前記粒子の表面上に炭素ナノフィラメントを有する活性炭粒子を含むフィルタ材料を得るのに十分な温度及び時間で、前記活性炭粒子及び前記堆積されたナノフィラメント前駆体を炭素質蒸気の存在下で加熱する

50

ことを含む。

【0011】

第四の実施形態によると、飲料水を製造するためのフィルタ材料の製造方法が提供される。前記方法は、炭化炭素粒子を用意し、前記炭化炭素粒子の表面上に、少なくとも部分的に1つ以上のナノフィラメント前駆体を堆積させ、前記炭化炭素粒子及び堆積されたナノフィラメント前駆体炭素質蒸気の存在下で攪拌し、前記炭化炭素粒子の表面上に炭素ナノフィラメントを製造するのに十分な温度及び時間で、前記炭化炭素粒子及び前記堆積されたナノフィラメント前駆体を炭素質蒸気の存在下で加熱し、前記炭化粒子及び炭素ナノフィラメントを加熱又は化学的処理することによって前記炭化炭素粒子を活性化して、前記粒子の表面上に炭素ナノフィラメントを有する活性炭粒子を含むフィルタ材料を得ることを含む。本発明に従った飲料水を製造するためのフィルタ、及び前記フィルタの中に組み入れられた前記フィルタ材料の製造方法及び使用方法が、水流から汚染物質を除去するのに有利である。

10

【0012】

本発明によるフィルタ、フィルタ材料、及び方法によって提供されるさらなる特徴及び利点は、以下の詳細な説明によってより完全に理解されるであろう。

【発明を実施するための最良の形態】

【0013】

I. 定義

本明細書で使用する時、用語「フィルタ」及び「濾過」はそれぞれ、汚染物質、即ち、微粒子類、化学汚染物質及び微生物学的汚染物質、の濃度の、吸着及び／又サイズ排除を介した低減に伴う構造及び機構を指すものとする。

20

【0014】

本明細書で使用する時、「フィルタ材料」の語句は、フィルタ粒子類の凝集体又は集合を指すものとする。フィルタ材料を形成するフィルタ粒子類の凝集体又は集合は均質又は不均質のいずれであってもよく、任意の形状及び形態を取ることが可能である。フィルタ粒子は、フィルタ材料内に均一又は不均一（例えば、異なるフィルタ粒子の層）に分布し得る。またフィルタ材料を形成するフィルタ粒子は、形状又は大きさが同一である必要はなく、緩い又は相互連結した形態のいずれかで用意されてもよい。例えば、フィルタ材料は表面成長ナノフィラメントを有する活性炭粒子を、活性炭繊維又はメソ細孔性と塩基性活性炭粒子と組合せて含んでもよく、これらのフィルタ粒子は、緩く会合した状態で用意されるか、あるいは、ポリマー結合剤若しくは他の手段で一部又は全部結合され、一体構造を形成してもよい。

30

【0015】

本明細書で使用する時、「フィルタ粒子」の語句は、フィルタ材料の少なくとも一部を形成するのに使用される個々の部材又は片を指すものとする。例えば、繊維、粒剤、ビーズなどは、それぞれ、本明細書ではフィルタ粒子と考えられる。更に、フィルタ粒子は、触知できないフィルタ粒子（例えば、非常に微細な粉末）から触知できるフィルタ粒子まで、様々な大きさであり得る。

【0016】

本明細書で使用する時、「ナノフィラメント」という用語及びその派生語は、およそのナノメートル（nm）の側面寸法（例えば、直径、幅又は厚さ）、及び数ナノメートル～数百マイクロン（ μm ）の長手方向の寸法（例えば、長さ）を有する、炭素中空又は固体構造を指し、活性炭粒子の表面から伸びて突き出ている。本発明のナノフィラメントの非限定的な例には、単一壁ナノチューブ（SWNT）、二重壁ナノチューブ（DWNT）、複数壁ナノチューブ（MWNT）、ナノファイバー、ナノリボン、ナノホーン、又はそれらの組み合わせが含まれる。

40

【0017】

本明細書で使用する時、「汚染物質」及びその派生語は以下の3つのカテゴリーのいずれかを指す。微粒子類（例えば、濁度、及び炭酸カルシウムのような不溶性無機粒子）

50

、化学物質（例えば、塩素、味、臭い、VOC、アスベスト、アトラジン、MTBE、ヒ素、及び鉛）、微生物学的生物（例えば、バクテリア、ウイルス、藻、及び寄生虫）、又はこれらの組み合わせ。さらなる汚染物質もまた本明細書で企図される。

【0018】

本明細書で使用する時、用語「炭素化」及びその派生語は、炭素質物質中の非炭素種を低減させる方法を指すものとする。

【0019】

本明細書で使用する時、「活性化」の用語及びその派生語は、炭素化された物質を更に多孔質にするプロセスを指すものとする。

【0020】

本明細書で使用する時、「活性化粒子」及びその派生語は、活性化過程を受けた粒子を指すものとする。

【0021】

本明細書で使用する時、「付着」及びその派生語は基質の上又は中に粒子類又は一般的な物質を送着するプロセスを指すものとする。付着プロセスの非限定的な例は吸着及び混合である。さらなる付着の例には、電気化学付着、電子ビーム蒸発、熱的堆積、及び／又は高周波マグネトロンスパッタリングが挙げられる。

【0022】

I I . 実施例

図3に示される一つの実施形態では、飲料水を製造するためのフィルタ20が提供される。フィルタ20は、水流入口24及び水流出口26を有するハウジング22を含む。図3の実施形態は円筒形状の実施形態を描いているが、ハウジング22は、フィルタの意図される使用に依存して、当該技術分野において既知の様々な形態、形状、寸法、及び配置で用意されることが可能である。例えば、フィルタは、液体がハウジングの軸に沿って流れるように水流入口と水流出口が配置されている、軸流フィルタであってよい。あるいは、フィルタは、液体がハウジングの放射状に沿って流れるように水流入口と水流出口が配置されている、放射状フィルタであってよい。更には、フィルタは、軸流と放射状流の両方を含むことができる。ハウジングは、また、本発明の範囲から逸脱することなく、別の構造の一部として形成されてもよい。

【0023】

水流入口24及び水流出口26のサイズ、形状、間隔、配列及び位置決めは、当該技術分野で既知のように、フィルタ20の流量及び意図される用途に適応するように選択することができる。好ましくは、フィルタ20は居住区の又は市販の飲料水の用途に使用されるように構成される。本発明で使用するのに適したフィルタ構成、飲料水装置、消費者用機器、及び他の水ろ過装置の例は、米国特許番号第5,527,451号、同第5,536,394号、同第5,709,794号、同第5,882,507号、同第6,103,114号、同第4,969,996号、同第5,431,813号、同第6,214,224号、同第5,957,034号、同第6,145,670号、同第6,120,685号、及び同第6,241,899号に開示されており、それらの内容は本明細書に参考として組み込まれる。多様な飲料水の実施形態によると、フィルタ20は、約8L/分未満、又は約6L/分未満、又は約2L/分未満～約4L/分未満の水の流速に対応する構成であってもよい。

【0024】

図3を参照すると、フィルタ20はハウジング22内に配置されるフィルタ材料28を含む。ハウジング22は、濾過する用途に必要なだけの量のフィルタ材料28を収容してもよい。ハウジングは、約2kg未満のフィルタ材料、又は1kg未満のフィルタ材料未満の、或いは0.5kg未満のフィルタ材料を収容してもよい。フィルタ材料28に存在するフィルタ粒子は、活性炭粒子の表面上に配置される複数の炭素ナノフィラメントを有する活性炭粒子である。フィルタ粒子は様々な形状及び寸法を含んでもよい。例えば、フィルタ粒子は、顆粒、繊維、及びビーズなどの単純な形態で用意することができる。フィ

10

20

30

40

50

ルタ粒子は、球体、多面体、円筒の形状、並びに他の対称な形状、非対称な形状、及び不規則な形状で用意することができる。更に、フィルタ粒子は、ウェブ、スクリーン、メッシュ、不織布、織布、及び結合ブロックなどの複雑な形態に形成することもでき、これらは、前述の単純な形態から形成されても又はそれらから形成されなくてもよい。

【0025】

形状と同様に、フィルタ粒子のサイズも様々であってよく、単一のフィルタで使用されるフィルタ粒子の間でサイズが均一である必要はない。実際、単一のフィルタ中にサイズが異なるフィルタ粒子を用意することが望ましい可能性がある。フィルタ粒子は約0.1 μm ～約10 mmの寸法を有していてもよい。代表的な一実施形態では、フィルタ粒子は約0.2 μm ～約5 mm、約0.4 μm ～約1 mm、又は約1 μm ～約500 μm の寸法を有していてもよい。球状及び円筒状の粒子類（例えば、繊維類、ビーズ類など）では、前述の寸法は、フィルタ粒子類の直径を指す。形状が実質的に異なるフィルタ粒子では、前述の寸法は、最大寸法（例えば、長さ、幅、又は高さ）を指す。

【0026】

フィルタ粒子は、任意の適した活性炭粒子、又はいくつかの実施形態では、活性化前の炭素化炭素粒子を含んでもよい。例えば、限定を目的とせず、活性炭粒子は微小多孔性、メソ細孔性又はそれらの組み合わせであることができる。さらに、活性炭粒子は、木系活性炭粒子、石炭系活性炭粒子、泥炭系活性炭粒子、ピッチ系活性炭粒子、タール系活性炭粒子、又はそれらの組み合わせを含んでもよい。フィルタ材料28は、緩い又は相互連結された（例えば、ポリマー結合剤又は他の手段で一部又は全部結合され、一体化構造を形成している）形態のいずれかで用意することができる。

【0027】

表面成長ナノフィラメントを有する活性炭粒子は、ナノフィラメントを有さない活性炭粒子よりも汚染物質の捕捉効率が高い。ナノフィラメントを有さない活性炭粒子の走査電子顕微鏡写真（SEM）が図1に示され、表面成長ナノフィラメントを有する活性炭粒子のSEMが図2a及び2bに示される。考えられる多くのフィルタの実施形態の一つでは、大量の表面成長ナノフィラメントは、様々な汚染物質のためのより広い吸着部位及び大量のサイズ排除部位をもたらす。フィルタ20の稼働中、水流は、フィルタ20の水流入口24から水流出口26へと通過する。水流がフィルタ材料28を通過するとき、飲料水をフィルタ20の水流出口26から放出するために、汚染物質が除去される。一実施形態では、この汚染物質除去は、フィルタ粒子の吸着部位への汚染物質の吸着によって起こってもよい。

【0028】

別の実施形態では、飲料水を製造するためのフィルタ材料28の製造方法が提供される。当該方法は、活性炭粒子を用意し、活性炭粒子の表面上の少なくとも一部に1つ以上のナノフィラメント前駆体を堆積することを含む。ナノフィラメントは、当業者に既知の任意の適したいずれの従来技術によって堆積させてもよい。堆積技術の例は上記定義の項で提供した。一実施形態では、これらナノフィラメント前駆体は触媒を含み、固体、液体又はガス相で存在してもよい。特定の実施形態では、ナノフィラメント前駆体は触媒を含み、触媒は遷移金属の塩を含む。これら遷移金属の塩には、Fe、Co、Mo、及びNi、又はそれらの組み合わせを挙げることができる。ナノフィラメント前駆体の例には、これらに限定されないが、硫酸第二鉄（ $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ）、塩化第二鉄（ FeCl_3 ）、フェロセン（ $\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$ ）、コバルトセン（ $\text{Co}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$ ）、ニッケロセン（ $\text{Ni}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$ ）、酸化第二鉄（ Fe_2O_3 ）、プロトポルフィリン鉄（ $\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$ ）、及びニッケルフタロシアニン（ $\text{C}_{32}\text{H}_{16}\text{N}_8\text{Ni}$ ）が挙げられる。

【0029】

本方法は、前記炭化炭素粒子及び堆積されたナノフィラメント前駆体炭素質蒸気の存在下で攪拌し、前記炭化炭素粒子の表面上に炭素ナノフィラメントを製造するのに十分な温度及び時間で、前記炭化炭素粒子及び前記堆積されたナノフィラメント前駆体を炭素質蒸気の存在下で加熱することを更に含む。本方法によると、炭素質蒸気は、例えば、加熱炉

又は反応炉などの熱せられた環境で、活性炭粒子及び堆積されたナノフィラメント前駆体と接触し、反応する。活性炭粒子及び堆積されたナノフィラメントが、例えば、固定床流通式反応器の中などの定常配置に配置された場合、炭素質蒸気は、粒子の上部層のみ又は蒸気に暴露される粒子の上部表面のみと接触すると思われる。固定された活性炭粒子及び堆積された前駆体の全てが炭素質蒸気に暴露され得ないので、これは活性炭粒子表面上に作られる炭素ナノフィラメントの量が限定してしまう。定常配置とは反対に、活性炭粒子及び堆積されたナノフィラメント前駆体をかき混ぜる又は流動化することは、炭素質蒸気が活性炭粒子及び堆積された前駆体のより多くの表面積と接触することを確実にし、活性炭粒子表面上に作られるより多くの炭素フィラメントを生じさせる。活性炭粒子の攪拌に適した反応炉は、これらに限定されないが、流動床反応炉、回転床炉、攪拌又は混合構成要素を含む従来の固定床反応器等を含む。

10

【0030】

炭素質蒸気は任意の炭素質蒸気を含んでもよく、所望の反応性生物を提供するのに有効である。一実施形態では、炭素質蒸気は、アセチレン、ベンゼン、キシレン、エチレン、メタン、エタノール、一酸化炭素、カンファー、ナフタレン、又はそれらの組み合わせを含んでもよい。反応条件である温度、時間、及び雰囲気は異なってもよく、様々な組み合わせが所望の反応を促進するために適している。一実施形態では、温度は、約400℃～約1500℃で変化してもよい。代表的な実施形態では、温度範囲は、上限が約1200℃未満、約1000℃未満、又は約800℃未満であり、下限が約400℃超過、約500℃超過、約600℃超過、又は約700℃超過を含んでもよい。別の実施形態では、反応時間は約2分～約10時間である。代表的な実施形態では、反応時間は約5分～約8時間、約10分～約7時間、又は約20分～約6時間である。

20

【0031】

一実施形態では、ナノフィラメント前駆体は、本方法の初期の段階で、活性炭粒子の表面上にナノ粒子を生成してもよい。例えば、硫酸第二鉄は、活性炭粒子の表面上にFeナノ粒子を分解及び生成する。炭素質蒸気が触媒粒子に運ばれて炭素ナノフィラメントを形成するの時に、これらナノ粒子は次に、炭素ナノフィラメントの形成に触媒作用を及ぼす。

【0032】

さらに、本方法は、炭素質蒸気を炭素粒子の表面上に供給するためのキャリアガスをさらに含んでもよい。反応雰囲気は炭素質蒸気、及び反応の間にそれらを運んで活性炭粒子及びナノフィラメント前駆体と接触させるキャリアガスを含んでもよい。キャリアガスは不活性又は還元性であることができ、一実施形態では、少量のスチームを含むことができる。かかるキャリアガスの典型的及び非限定的な例は窒素である。アルゴン及びヘリウムはキャリアガスのその他の2つの例である。しかしながら、本明細書ではその他の多くの適したキャリアガスを意図している。加熱炉の中のキャリアガスの前面風速は、約1cm/h. g（即ち、1時間及び活性炭粒子1gあたりのセンチメートル）～約350cm/h. g、及び代表的な実施形態では約2cm/h. g～約180cm/h. g、約4cm/h. g～約90cm/h. g、又は約20cm/h. g～約40cm/h. gである。

30

【0033】

本発明の別の実施形態によると、飲料水を製造するためのフィルタ材料28の他の製造方法が本明細書に記載されている。本方法は炭化炭素粒子の用意を含む。上述のように、炭化粒子はフィルタ粒子であり、まだ活性化の段階を経ていない。上記のその他の方法と同様に、本方法は、炭化炭素粒子の表面上に1つ以上のナノフィラメント前駆体を少なくとも部分的に堆積させること、及び堆積されたナノフィラメント前駆体を炭素質蒸気の存在下で炭化炭素粒子攪拌することを更に含む。炭化炭素粒子及び堆積されたナノフィラメント前駆体は次に、炭化炭素粒子の表面上に炭素ナノフィラメントを作るのに十分な温度及び時間で、炭素質蒸気の存在下で加熱される。本方法は次に炭化炭素粒子を攪拌することを含む。活性化の間、炭化粒子及び炭素ナノフィラメントは加熱又は化学的に処理されてフィルタ材料を製造し、フィルタ材料は粒子の表面上に炭素ナノフィラメントを有する

40

50

活性炭粒子を含む。

【0034】

炭化炭素は当業者が既知の様々なプロセス条件の下で加熱活性化されてもよい。例えば、加熱活性化は、スチーム、 CO_2 、又はそれらの組み合わせを含む雰囲気下で起こってもよい。さらに、活性化温度及び持続時間は、使用されるフィルタ粒子によって変化してもよい。炭化炭素はまた、当業者が既知の任意の適した化学試薬によって化学的に活性化されてもよい。例えば、炭化炭素は KOH 、又は H_3PO_4 で処理されることができる。活性化工程を上記の方法の任意の段階に組み込んでもよい。活性化は1つ又は複数の工程で起こってもよく、活性炭粒子はさらに活性化されてもよい。

【0035】

さらなる実施形態では、上記方法は、炭素ナノフィラメントを洗浄し、加熱工程の後に残っている全てのナノフィラメント前駆体を実質的に除去することを目的とする洗浄工程をさらに含んでもよい。活性化のように、ナノフィラメントを洗浄してナノフィラメント前駆体を除去するために、洗浄工程に熱処理又は化学処理を組み入れてもよい。任意の洗浄手順を用いることができる。化学洗浄の一実施形態において、酸性溶液を使用することができる。代表的な一実施形態では、強酸性溶液、例えば、硝酸溶液又は硫酸溶液を洗浄工程で使用することもできる。上記のように炭素ナノフィラメントの形成後に使用される活性化工程は、洗浄工程又は部分的洗浄工程として作用できると考えられる。

【0036】

更なる実施形態では、上記の方法は、炭素化又は活性炭粒子及び堆積されたナノフィラメント前駆体を、加熱工程の前に還元剤で処理することを含んでもよい。この還元工程の間に、粒子及び堆積されたナノフィラメント前駆体を還元剤の存在下で処理して粒子表面を官能化する。表面を官能化することで、フィルタ粒子は、水流の中の目的汚染物質のその吸着を向上させることができる。還元剤の非限定的な実施例は、水素、アンモニア、又はそれらの組み合わせを含む。例えば、アンモニアを含む還元剤は粒子表面と反応して粒子の表面上に窒素を生成し、該窒素は濾過される汚染物質に結合又は吸着する場合がある。

【0037】

III. 実験例

以下の非限定的な実施例は、フィルタ材料、及び本発明の1つ以上の実施形態に従ってフィルタ材料を得る方法を説明している。

【0038】

(実施例1)

フェロセンを使用した表面成長ナノフィラメントを有する活性炭粒子の形成

バージニア州コヴィントン (Covington) のミードウエストベコ社 (MeadWestvaco Corp.) から入手の、100 g のNUCHAR (商標) RGC80×325木系活性炭粒子を、10%のフェロセン ($\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$) キシレン溶液500 mLと混合する。吸収されたフェロセンを有する得られた活性炭を室温で一晩乾燥させる。活性炭は続いて、水平管加熱炉リンドバーグ (Lindberg) /ブルーム (Blue M) (モデル番号HTF55667C、SPX社、ミシガン州マスキーゴン (Muskegon)) のトレイのなかに装填される。水平管加熱炉の直径は15.25 cm (6インチ) である。加熱炉を、0.12 L/秒 ($15 \text{ ft}^3/\text{時間}$) の窒素流量で800°Cに加熱する。所望の加熱炉の温度に達したら、10 mL/分の10%のフェロセンのキシレン溶液を0.12 L/秒 ($15 \text{ ft}^3/\text{時間}$) の窒素流量 (即ち、約23 cm/h. gの前面風速) によって水平管加熱炉の中に1時間の間運び入れる。その期間の終わりに、窒素雰囲気の中で材料を室温まで冷却する。得られた活性炭粒子は表面成長ナノフィラメントを含んでいる。

【0039】

(実施例2)

硫酸第二鉄及びフェロセンを使用した表面成長ナノフィラメントを有する活性炭粒子の形成

10

20

30

40

50

ペンシルバニア州ピッツバーグ (Pittsburgh) のカルゴン・カーボン社 (Calgon Carbon Corp.) から入手の、100 g の微小多孔性ココナツ活性炭粒子 80×325 を、20 % の硫酸第二鉄 ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$) 脱イオン水溶液 100 mL と混合する。吸着した硫酸第二鉄を有する得られた活性炭を 130°C のオーブンで一晩乾燥させる。活性炭は続いて、水平管加熱炉リンドバーグ (Lindberg) / ブルー M (Blue M) (モデル番号 HTF 55667C、SPX 社、ミシガン州マスキーゴン (Muskegon)) のトレイのなかに装填される。水平管加熱炉の直径は 15.25 cm (6 インチ) である。加熱炉を、 $0.12\text{ L}/\text{秒}$ ($15\text{ ft}^3/\text{時間}$) の窒素流量で 800°C に加熱する。所望の加熱炉の温度に達したら、活性炭を約 45 分間この温度で保持する。次に、 $4\text{ mL}/\text{分}$ 10 % のフェロセンのキシレン溶液を $0.04\text{ L}/\text{秒}$ ($5\text{ ft}^3/\text{時間}$) の窒素流量 (即ち、約 $8\text{ cm}/\text{h}$ 、g の前面風速) によって水平管加熱炉の中に一時間の間運び入れる。その期間の終わりに、窒素雰囲気の中で材料を室温まで冷却する。得られた活性炭粒子は表面成長ナノフィラメントを含んでいる。

【0040】

「特に」、「好ましくは」、「典型的には」及び「多くの場合」のような用語は、請求の範囲に記載されている発明の範囲を限定する、及び請求の範囲に記載されている発明の構造及び作用に特定の特徴が決定的、必須、又はさらに重要であるという意味を含ませるために本明細書において使用されているのではないことに留意されたい。むしろこれらの用語は、本発明の特定の実施形態の中で使用されてもよい又は使用されない代替的又は追加的特長を強調することを単に意図している。また、「実質的に」及び「約」などの用語は、本明細書中における任意の定量的比較、値、測定値、又はその他の表示の結果であり得る潜在的な不確定性の程度を示すために使用されていることにも留意されたい。

【0041】

「発明を実施するための最良の形態」で引用したすべての文献は、関連部分において本明細書に参考として組み込まれるが、いずれの文献の引用も、それが本発明に対する先行技術であることを容認するものと解釈されるべきではない。

【0042】

本発明の特定の実施形態を説明及び記述してきたが、本発明の精神及び範囲から逸脱することなく他の様々な変更及び修正を行えることが当業者には明白であろう。したがって、本発明の範囲内にあるそのような全ての変更及び修正を、添付の特許請求の範囲で扱うものとする。

【0043】

本明細書は、本発明を特定して指摘し明白に請求する請求項によって結論とするが、添付図面と併せてなされる以下の記述により、本発明は更によく理解され则认为られる。

【図面の簡単な説明】

【0044】

【図1】従来技術の活性炭粒子の走査型電子顕微鏡 (SEM) 画像。

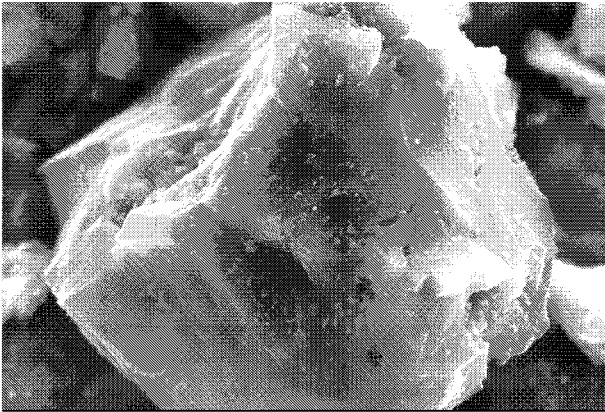
【図2a】本発明の1つ以上の実施形態による活性炭粒子の SEM 画像。

【図2b】本発明の1つ以上の実施形態による活性炭粒子の SEM 画像。

【図2c】本発明の1つ以上の実施形態による活性炭粒子の高い倍率による SEM 画像。

【図3】本発明の1つ以上の実施形態によるフィルタの横断側面図。

【図 1】



従来技術

【図 2 a】

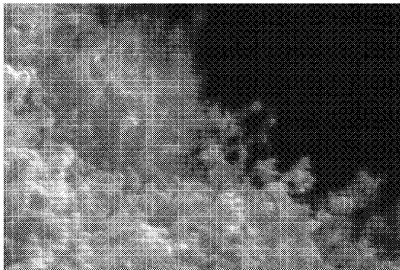


FIG. 2a

【図 2 b】

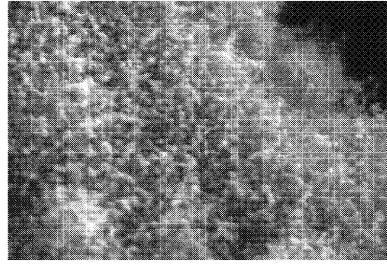


FIG. 2b

【図 2 c】

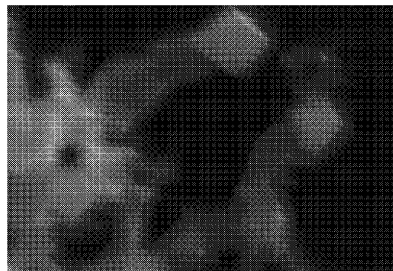


FIG. 2c

【図 3】

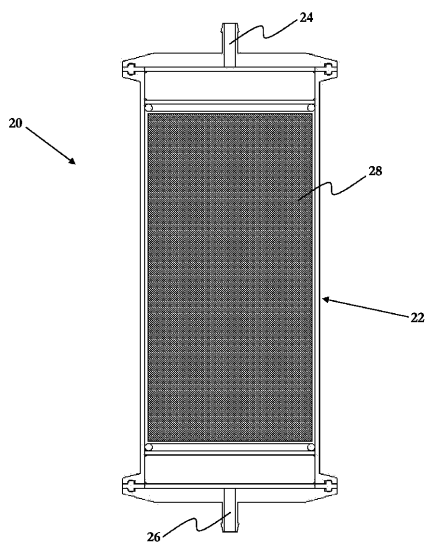


FIG. 3

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/IB2006/053597

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. C02F1/28		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C02F B01D B01J		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2004/080578 A (SELDON TECHNOLOGIES LLC [US]; COOPER CHRISTOPHER H [US]; CUMMINGS ALAN) 23 September 2004 (2004-09-23) the whole document	1-10
A	WO 02/100775 A2 (UNIV CALIFORNIA [US]) 19 December 2002 (2002-12-19) the whole document	1-10
A	LI Y-H ET AL: "Adsorption of cadmium(II) from aqueous solution by surface oxidized carbon nanotubes" CARBON, vol. 41, no. 5, 2003, pages 1057-1062, XP004419905 ISSN: 0008-6223 the whole document	1-10
-/-		
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 12 February 2007		Date of mailing of the international search report 19/02/2007
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5616 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Liebig, Thomas

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/IB2006/053597

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	LI Y-H ET AL: "Adsorption of fluoride from water by aligned carbon nanotubes" MATERIALS RESEARCH BULLETIN, ELSEVIER, KIDLINGTON, GB, vol. 38, no. 3, 20 February 2003 (2003-02-20), pages 469-476, XP004412327 ISSN: 0025-5408 the whole document	1-10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/IB2006/053597

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2004080578	A	23-09-2004	EP 1603662 A1	14-12-2005
			JP 2006524177 T	26-10-2006
			US 2005263456 A1	01-12-2005
WO 02100775	A2	19-12-2002	US 2002192142 A1	19-12-2002

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(74)代理人 100107342

弁理士 横田 修孝

(72)発明者 マイケル、ドノバン、ミッチェル

アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナティー、セレドン、コート、3326

(72)発明者 ディミトリス、イオアニス、コリアス

アメリカ合衆国オハイオ州、メイソン、シダー、ビレッジ、ドライブ、4683

Fターム(参考) 4D624 AA02 AB04 AB07 AB11 AB16 BA02 BB01 BB07 BC01 CA04

CB22 DB03