(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2012 年 11 月 29 日(29.11.2012)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2012/161029 A1

(51) 国際特許分類:
B01D 41/04 (2006.01) *B24B 57/00* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2012/062385

(22) 国際出願日: 2012 年 5 月 15 日(15.05.2012)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2011-113589 2011 年 5 月 20 日(20.05.2011) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社　フジミインコーポレーテッド(FUJIMI INCORPORATED) [JP/JP]; 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目１番地１ Aichi (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 岩沙　昭二(IWASA, Shoji) [JP/JP]; 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目１番地１　株式会社　フジミインコーポレーテッド　内 Aichi (JP). 杉山　博保(SUGIYAMA, Hiroyasu) [JP/JP]; 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目１番地１　株式会社　フジミインコーポレーテッド　内 Aichi (JP). 三輪　直也(MIWA, Naoya) [JP/JP]; 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目１番地１　株式会社　フジミインコーポレーテッド　内 Aichi (JP). 三品　敬右 (MISHINA, Keisuke) [JP/JP]; 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目１番地１　株式会社　フジミインコーポレーテッド　内 Aichi (JP).

(74) 代理人: 恩田　博宣, 外(ONDA, Hironori et al.); 〒5008731 岐阜県岐阜市大宮町２丁目１２番地の１ Gifu (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

WO 2012/161029 A1

(54) **Title**: REGENERATING FILTER MANUFACTURING METHOD

(54) 発明の名称 : 再生フィルターの製造方法

(57) **Abstract**: This regenerating filter manufacturing method involves (1), a step for preparing a filter that has been used in filtration of liquid dispersions containing silica particles, (2), a step for wetting the filter with a liquid, (3), a step for contacting the filter which has undergone step (2) with an alkali-containing solution, and (4), a step for cleaning the filter which has undergone step (3).

(57) 要約:　再生フィルターの製造方法であって、（１）シリカ粒子を含む分散液のろ過に使用されたフィルターを準備する工程、（２）前記フィルターを液体で湿潤させる工程、（３）前記（２）の工程を経たフィルターにアルカリ含有溶液を接触させる工程、及び（４）前記（３）の工程を経たフィルターを洗浄する工程を含む方法を提供する。

明　細　書

発明の名称 ： 再生フィルターの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、シリカ粒子を含む分散液のろ過に使用されたフィルターから再生フィルターを製造する方法に関するものである。

背景技術

[0002] 研磨剤と研磨パッドを用いたポリシングにおいて年々、加工面の表面平滑度および無欠陥性の要求水準が高くなっている。それに伴い研磨用組成物に含まれる砥粒の粒子径はより小さくなってきている。また、一般的に研磨用組成物中の砥粒は粒度分布を有している。研磨用組成物が望ましい粒子径よりも極端に大きな粗大粒子を含む場合には、その粗大粒子はスクラッチなどの表面欠陥の原因となるため、これを除去する必要がある。

[0003] このような液体媒体中に分散した粗大粒子は、通常フィルターによって除去される。効率よく粗大粒子を捕獲するには、メッシュサイズの小さいフィルターを使うことが望ましい。しかし、フィルターのメッシュサイズが小さければ小さいほど、目詰まりが発生しやすくなる。目詰まりが発生すると、粗大粒子の除去効率が悪くなり、最終的にはフィルターが使用不能となる。このため、フィルターを頻繁に交換する必要があり、製品の製造コストが上昇する原因となる。そこで、目詰まりしたフィルターを容易に回復させる再生フィルターの製造方法が望まれている。

[0004] このような観点から、各種のフィルターの再生方法が検討されている。例えば、特許文献１には、シリカ粒子のろ過に使用されたフィルターを、アルカリ水溶液で洗浄して再生する方法が開示されている。この方法は、フィルターに目詰まりしたシリカ粒子をアルカリ水溶液で溶解してフィルターの目詰まりを解消することに基づく。しかし、本発明者らの検討によれば、フィルターをアルカリ水溶液で洗浄するだけでは十分な効果が得られず、再生フィルターの製造方法に用いるには改良の余地があることがわかった。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開平１１－１５１４０９号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 本発明の目的は、例えば研磨スラリーのような、シリカ粒子を含む分散液のろ過に使用されたフィルターのろ過性能を大きく回復させることのできる方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0007] 上記の目的を達成するために、本発明の第一の態様では、再生フィルターの製造方法であって、

（１）シリカ粒子を含む分散液のろ過に使用されたフィルターを準備する工程、

（２）前記フィルターを液体で湿潤させる工程、

（３）前記（２）の工程を経たフィルターにアルカリ含有溶液を接触させる工程、及び

（４）前記（３）の工程を経たフィルターを洗浄する工程

を含む方法を提供する。

[0008] （２）の工程は、液体が充填された密閉容器中で（１）の工程のフィルターを減圧処理することであることが好ましい。（２）の工程は、脱気した液体を（１）の工程のフィルターに通すことであってもよい。これらの場合、液体はアルカリを含むことが好ましい。また、（３）の工程はフィルターを逆洗することであることが好ましい。また、シリカ粒子を含む分散液が研磨用スラリーである場合、本発明の効果がより向上する。

発明の効果

[0009] 本発明によれば、例えば研磨スラリーのような、シリカ粒子を含む分散液のろ過に使用されたフィルターのろ過性能を大きく回復させることができる

。

発明を実施するための形態

[0010] 以下、本発明の実施形態を説明する。

[0011] 本発明において、シリカ粒子を含む分散液自体ならびにその分散液に含まれるシリカ粒子の用途は特に限定されない。本発明において、シリカ粒子を含む分散液とはシリカ粒子が溶媒中に分散している分散液を指す（以下、単純に「シリカ分散液」という）。また、ろ過自体の目的も特に限定されない。シリカ分散液に含まれる成分とそのシリカ分散液から除去すべき成分とに応じて、後述するようにフィルターが選択される。そのシリカ分散液に含まれる成分、特にシリカ粒子が目詰まりすることによりろ過効率の低下したフィルターを、本発明の方法に用いることができる。よって、本発明の方法は、溶媒中に不溶なシリカ粒子が分散されているシリカ分散液から、シリカ粒子またはその一部分、特に粗大シリカ粒子等を除去するためのろ過において目詰まりしたフィルターを用いた場合に特に有効である。また、不純物が不溶成分として浮遊しているシリカ分散液から、その不純成分を除去するためのろ過において目詰まりしたフィルターを用いた場合にも有効である。すなわち、本発明の方法に用いられるフィルターは、シリカ分散液中に分散されたシリカ粒子のうち、望ましい粒子径を有するシリカ粒子及び溶媒を透過させ、一方で望ましい範囲より大きいシリカ粒子やその他の相対的に大きな不純物を除去するためのろ過において目詰まりしたフィルターであることが好ましい。

[0012] シリカ分散液の具体的な例のひとつは、研磨砥粒としてのシリカ粒子を含む研磨用スラリーである。研磨用スラリーは、例えば、シリコン基板、シリコンカーバイド基板、金属酸化物、半導体デバイス基板、ハードディスク用基板、ガラス、またはプラスチックなどを研磨するためのものである。本発明の方法に用いられるフィルターは、このような研磨用スラリーから粗大粒子等の不純物を取り除くため、または研磨用スラリーの調製時に凝集物や異物を取り除くためのろ過において目詰まりしたフィルターであることが好ま

しい。

[0013] シリカ分散液に含まれるシリカ粒子の種類は、特に限定されない。例えば、シリカ分散液が研磨用スラリーの場合、シリカ粒子は一般に研磨砥粒として用いられる任意の種類のものであればよい。シリカ粒子の例として、コロイダルシリカ、フュームドシリカ、ゾルゲル法シリカ等が挙げられるがこれらに限定されない。シリカ分散液がシリコン基板の研磨用スラリーの場合、シリカ粒子はコロイダルシリカまたはフュームドシリカであることが好ましく、より好ましくはコロイダルシリカである。研磨対象物に応じて最適なシリカ粒子を選択するべきである。また、シリカ粒子は、１種を単独で用いても、２種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0014] シリカ分散液に含まれるシリカ粒子の平均粒子径は、特に限定されない。例えば、シリカ分散液が研磨用スラリーの場合、シリカ粒子の平均粒子径は一般に研磨砥粒として用いられるものの平均粒子径の範囲内にあればよい。シリカ粒子の平均粒子径は、１０～５０００ｎｍであることが好ましく、２０～３００ｎｍであることがより好ましい。なお、シリカ粒子の平均粒子径の測定は、例えば、レーザー回折散乱法やＢＥＴ法、光散乱法により行うことができる。レーザー回折散乱法による測定は、例えば、株式会社堀場製作所製のレーザー回折／散乱式粒度測定機“ＬＡ－９５０”を用いて行うことができる。

[0015] シリカ分散液は、研磨用スラリーそのものではなく、その原料であってもよい。すなわち、本発明の方法に用いられるフィルターは、研磨用スラリーの原料となる研磨砥粒としてのシリカ粒子を含む分散液から、粗大粒子、ゲル、異物等を取り除くことを目的としたろ過において目詰まりしたフィルターであってもよい。

[0016] シリカ分散液をろ過する時期は特に限定されない。例えば、ろ過されるシリカ分散液が研磨用スラリーであり、その研磨用スラリーが容器に充填されて製品として販売される場合、本発明の方法に用いることができるフィルターは、容器に充填する前の研磨用スラリーのろ過において目詰まりしたフィ

ルターだけでなく、ユーザーが容器から取り出した後かつ研磨に使用する前の研磨用スラリーのろ過において目詰まりしたフィルターでもよい。さらには、一度使用された研磨用スラリーを再利用するためのろ過に用いられたフィルターも、本発明の方法に用いることができる。

[0017] 本発明の方法に使用されるフィルターの種類は、特に限定されない。一般に、シリカ分散液のろ過において目詰まりした任意のフィルターを、本発明の方法に用いることができる。例えば、フィルターは樹脂製メディアフィルターであってもよい。樹脂製メディアフィルターとは、液体が通過するフィルター部分が樹脂で形成されたものをいう。しかしながら、フィルター部分のすべてが樹脂で構成されている必要はない。例えば、フィルター部分はフィルターの機械的強度を改良するために芯材として繊維や金属などを含んでいてもよい。ただし、この場合であっても、芯材は樹脂により被覆されて、ろ過するシリカ分散液とは直接接触しないことが好ましい。その理由は、芯材が金属などであった場合には、シリカ分散液中に好ましくない金属イオンなどが溶出する可能性があるからである。

[0018] 本発明の方法に使用されるフィルターは、フィルター部分が樹脂のみで形成された樹脂製メディアフィルターであることが好ましい。このような樹脂製メディアフィルターは、シリカ分散液の調製工程の配管内部に組み込むような場合に特に好ましい。また、フィルター部分とそれを内包するカートリッジとから構成されたカートリッジ状のものも用いることができる。このようなカートリッジ状フィルターにおいて、フィルター部材は前記した樹脂製であり、そのフィルター部材がハウジングの内部に固定されている。このようなカートリッジ状フィルターを用いる場合には、ハウジングの内側面や、カートリッジ状フィルターと配管との接触部に設けられるパッキングなどのシリカ分散液と接触する部分は、樹脂やゴムで被覆または形成され、金属を全く使用しないことが好ましい。このような樹脂製メディアフィルターとして各種のものが市販されており、上記のように異なる構造を有するものの他に、異なる用途を有するもの（例えば微粒子分離用、微生物分離用）などが

ある。必要に応じて任意の樹脂製メディアフィルターを用いることができる。

[0019] フィルター部材に用いられる樹脂の種類は、特に限定されないが、ろ過しようとするシリカ分散液に対して不活性であることが好ましい。シリカ分散液が水性である場合、すなわちシリカ分散液の主成分である溶媒が水である場合には、一般的な樹脂で形成されたフィルター部材を用いることができる。具体的には、フィルター部材に用いられる好ましい材料として、ナイロン、ポリカーボネート、ポリテトラフルオロエチレン（以下、ＰＴＦＥということがある）、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、セルロースおよびその誘導体、ならびにポリプロピレンが挙げられる。ナイロンの具体例としては、ナイロン６、およびナイロン６６が挙げられる。また、セルロースの誘導体には、水酸基が置換された誘導体が包含され、具体例として、セルロースアセテート、およびセルロースエステルが挙げられる。

[0020] また、フィルター部材には、親水性のものと疎水性のものとがある。本発明の方法におけるフィルターの再生の効果は、疎水性のフィルター部材を使用した場合のほうが大きい。したがって、フィルター部材は疎水性であることが好ましい。フィルター部材が疎水性であるか否かは、フィルター部材を水が透過するか否かで判断することができる。フィルター部材が疎水性である場合には、フィルター部材の表面で水がはじかれたり、水を透過させるのに加圧が必要であったりする。このような疎水性のフィルターとしては、ポリプロピレン及びポリテトラフルオロエチレン（ＰＴＦＥ）等が挙げられる。親水性フィルター部材よりも疎水性フィルター部材で本発明の効果が顕著である理由は、以下のように考えられる。すなわち、本発明の（２）の工程において、フィルター部材を液体で湿潤させることにより、フィルター部材の細孔内の気体が除去され、またはフィルター細孔内に目詰まりしたシリカ粒子表面の疎水性雰囲気が親水性に置換される。ここで、疎水性フィルター部材のほうが親水性フィルター部材よりも細孔内に空気が滞留し易く、また、フィルター細孔内に目詰まりしたシリカ粒子表面が疎水性雰囲気になり易

い。そのため、疎水性フィルター部材では、（２）の工程において細孔内の空気またはフィルター細孔内に目詰まりしたシリカ粒子表面の疎水性雰囲気が効果的に除去される。その結果、フィルターにアルカリ含有溶液を接触させる（３）の工程において高い処理効率を得ることができる。

[0021] フィルターは種々のものが市販されており、例えば、チッソフィルター株式会社製ＣＰフィルター（商品名）、住友スリーエム社製ポリプロ・クリーン（商品名）、日本ポール株式会社製プロファイルＩＩ（商品名）またはＡＤＶＡＮＴＥＣ東洋株式会社製デプスカートリッジフィルター（商品名）等が挙げられる。

[0022] フィルター部材には、ポリプロピレンなどの樹脂からなる繊維をランダムにかつ均一に一定の厚みを持たせて成形した不織布タイプのデプスフィルター、樹脂膜に０．０１～数μｍ程度の穴を開けて成形されるメンブレンフィルターなどがある。本発明にはいずれのタイプのものを用いてもよいが、本発明の効果がより顕著に発現しやすいので不織布タイプのデプスフィルターを用いることが好ましい。この理由は、デプスろ過ではフィルター細孔内の空気の滞留またはフィルター細孔内に目詰まりしたシリカ粒子表面の疎水性雰囲気がフィルターの再生効率に大きく影響するためであると考えられる。しかしながら、シービングろ過やケーキろ過の場合であっても、再生の効果が全く無いわけではないので、メンブレンフィルターを本発明の方法に用いることは可能である。

[0023] さらに、デプスフィルターは次の２種類の形式に大別できる。一つは、平面状のろ紙形状である平面的フィルターである。もう一つは、不織布を円筒コア等に巻きつけたパイプ状フィルターである。このようなパイプ状フィルターは、一般的に、一端または両端において液が漏れないように加工を施され、またカートリッジに収納された形態で取り扱われることが多い。通常、工業的な用途には、カートリッジに収納された立体的またはパイプ状フィルターが好ましく使用される。これは、ろ過面積が大きく、また取り扱い性にも優れるためである。しかしながら、本発明の方法には、これらのいずれの

形状のフィルターも用いることができる。

[0024] 本発明の方法に使用されるフィルターのろ過精度は、ろ過しようとするシリカ分散液の種類、含まれる成分、除去すべき不純物の大きさなどに応じて選択することができる。例えば、一般的なシリコン基板研磨用スラリー中の粗大シリカ粒子を効率的に除去するためには、フィルターのろ過精度が７μｍ以下であること好ましく、１μｍ以下がより好ましく、０．５μｍ以下がさらに好ましく、０．３μｍ以下が最も好ましい。ろ過精度０．３μｍとは、平均粒子径０．３μｍ以上の粒子が９９．９％以上除去されることを意味する。

[0025] 本発明の方法は、フィルターを液体で湿潤させる（２）の工程を含む。この（２）の工程により、フィルター部材の細孔内に存在する気体が除去されて細孔内が濡らされ、またはフィルター細孔内に目詰まりしたシリカ粒子表面の疎水性雰囲気が親水性に置換される。その結果、フィルターにアルカリ含有溶液を接触させる（３）の工程において高い処理効率を得ることができるものと考えられる。

[0026] 本発明の（２）の工程におけるフィルターを液体で湿潤させる方法は、例えば、任意の液体が充填された密閉容器中でフィルターを減圧処理することである。以下、この処理を単純に「減圧処理」という。具体的には、フィルター部材を液体が充填された密閉容器中に封入し、その密閉容器の内部を減圧することにより行われる。フィルター部材の一部が液体に接触していない場合、その部分における（３）の工程の処理効率は低下する。そのような液体に接触しない部分が多ければ多いほど（３）の工程の処理効果が小さくなる。したがって、フィルター部材の全体が液体に接触していることが好ましい。

[0027] 減圧処理において、密閉容器の内部は、好ましくは１０ｋＰａ以下、より好ましくは５ｋＰａ以下に減圧される。減圧度が大きいほど、本発明の効果は顕著になる。しかし、過度に減圧すると効果が飽和してしまうことがあるばかりでなく、低い圧力の実現に過大なコストが必要となってしまう。

[0028] 減圧処理をする時間の下限も特に限定されない。しかし、減圧処理の効果を十分に発揮させる観点から、処理時間は５分以上が好ましく、２０分以上がより好ましい。一方、減圧処理をする時間の上限も特に限定されないが、１８０分以下が好ましく、１２０分以下がより好ましい。減圧処理の時間が長いほど減圧処理の効果が高くなる傾向にある。しかし、減圧処理の時間を過度に長くすると効果が飽和してしまうことがあるばかりでなく、生産効率が低下することがあるので注意が必要である。

[0029] 減圧処理で用いられる液体も特に限定されないが、例えば、水が挙げられる。減圧処理で用いる液体が水の場合、フィルター部材を水が充填された密閉容器中に封入し、その密閉容器の内部を減圧することにより処理を行う。任意の水、例えば蒸留水、イオン交換樹脂にて不純物イオンを除去した後にフィルターを通して異物を除去した純水や超純水、脱気水などを用いることができる。また、液体は有機溶媒であってもよく、混合溶媒であってもよい。特別な設備の必要性やコスト等の観点から、好ましくは水である。

[0030] さらに、減圧処理に用いられる液体は本発明の効果を損なわない範囲で任意の添加剤を含んでいてもよい。例えば、様々な還元性脱酸素剤、防腐剤、またはアルコール等を液体に添加してもよい。特にフィルターの細孔中への液体の導入を助ける公知の添加剤を用いることが好ましい。

[0031] 減圧処理に用いられる液体は、（３）の工程で用いられるアルカリを含んでいることが好ましい。例えば、減圧処理で用いる液体が水である場合、その水は（３）の工程で用いられるアルカリを含んでいることが好ましい。このように、（２）の工程における減圧処理に用いる液体の成分と（３）の工程で用いるアルカリ含有溶液の成分が近いと、（２）の工程でフィルターを減圧処理した後、フィルター中に残存した液体の置換が容易または不要になる。加えて、このことは（２）の工程における減圧処理と、（３）の工程とを継ぎ目無く行うことを可能にする。それにより、（３）の工程の開始時に、異物等が混入して工程を妨げることがなくなり、損失も少なくなる。

[0032] 減圧処理は、任意の方法で実施することができる。例えば、シリカ分散液

の調製工程の下流側配管に密閉容器として独立させることができるモジュールなどを設ける。そのモジュールにフィルターを組み付け、調製されたシリカ分散液をろ過する。ろ過の後に、減圧処理で用いる液体を一時的に配管に流して容器を液体で満たす。その後、容器を密閉し、減圧処理をする。このような方法は、シリカ分散液のろ過設備とは別の減圧処理設備を必要としない。また、減圧処理の後に密閉容器中の液体をアルカリ含有溶液に置換すればよい。（２）の工程における減圧処理で用いた液体が（３）の工程で用いるアルカリを含んでいれば、密閉容器中の液体の置換なしに、（３）の工程を継ぎ目無く開始することができる。また、一旦減圧処理がなされたフィルターは、乾燥させない限り空気と接触させても本発明の効果を発揮することができる。このため、フィルター部材を液体中で減圧処理できる専用の装置を使用して減圧処理済みのフィルターを多数準備しておき、それらを必要に応じて（３）の工程に用いることも可能である。このような方法は、シリカ分散液の調製工程の配管に異なる液体やアルカリ等を流す必要を無くし、シリカ分散液の連続的な調製を可能にする点で好ましい。

[0033] 本発明の（２）の工程におけるフィルターを液体で湿潤させる別の方法は、例えば、任意の脱気液をフィルターに通すことである。以下、この処理を単純に「脱気液処理」ということがある。

[0034] 脱気液処理で用いられる液体は特に限定されないが、例えば、水が挙げられる。脱気液処理で用いる液体が水の場合、すなわち、脱気液が水の場合、脱気水を準備し、これを（３）の工程に先立ってフィルターに通過させる。脱気液は脱気した有機溶媒または脱気した混合溶媒であってもよい。特別な設備の必要性やコスト等の観点から、脱気液は好ましくは脱気水である。

[0035] さらに、脱気液は本発明の効果を損なわない範囲で任意の添加剤を含んでいてもよい。例えば、様々な還元性脱酸素剤、防腐剤、またはアルコール等を脱気液に添加してもよい。特にフィルターの細孔中への脱気液の導入を助ける公知の添加剤を用いることが好ましい。

[0036] また、脱気液は（３）の工程で用いられるアルカリを含んでいることが好

ましい。このように、（２）の工程における脱気液処理に用いる脱気液の成分と（３）の工程で用いるアルカリ含有溶液の成分が近いと、（２）の工程における脱気液処理でフィルターに脱気液を通した後、フィルター中に残存した脱気液の置換が容易または不要になる。加えて、このことは（２）の工程における脱気液処理と、（３）の工程とを継ぎ目無く行うことを可能にする。それにより、（３）の工程の開始時に、異物等が混入して工程を妨げることがなくなり、損失も少なくなる。

[0037] 本発明において、液体を脱気して脱気液を調製する任意の方法を採用することができ、特に限定されないが、気体透過膜の片側に原溶媒を通過させ他方の側を減圧する膜式真空脱気（特開昭６３－２５８６０５号公報等）、真空脱気、溶媒を加熱することによる気体の溶解度の減少を利用する加熱脱気、超音波脱気、溶存酸素を還元性脱酸素剤と反応させる方法などが挙げられる。これらの中でも、初期投資、操作性、及び脱気効率性の観点から、膜式真空脱気が最も好ましく、次いで真空脱気が好ましい。

[0038] 脱気液処理で使用される脱気液の溶存酸素濃度は、飽和溶存酸素濃度の１／８以下であることが好ましく、１／１６以下であることがより好ましい。飽和溶存酸素濃度とは、１気圧の大気に接している液体に溶解する酸素の平衡濃度である。飽和溶存酸素濃度は液体温度に依存するが、本発明においては、使用する温度、一般的には室温である２５℃における値をいう。例えば２５℃／１気圧における水の飽和溶存酸素濃度は約８．１ｍｇ／Ｌである。このため、脱気液が水を主成分とする場合には、溶存酸素濃度が１ｍｇ／Ｌ以下であることが好ましく、より好ましくは０．５ｍｇ／Ｌ以下である。

[0039] 溶存酸素濃度がこの値以下である場合、フィルターの湿潤化またはフィルター内の空気除去の効果が高くなるだけでなく、脱気液処理に必要な時間も短縮される。脱気液中の溶存酸素濃度は低ければ低いほどよいので、溶存酸素濃度の下限は本発明の効果を得るという観点からは限定されない。ただし、溶存酸素濃度を過度に低くしようとすると、脱気液の準備に過大な時間とコストを要するので注意が必要である。なお、本発明において脱気液中の溶

存酸素濃度は、ガルバニ電池型またはポーラログラフ型等の簡便な酸素濃度計を用いて測定することができる。

[0040] 本発明において、脱気液処理は脱気液をフィルターに通すことにより行われる。この時、フィルター部材の有効面全体を脱気液が通過するようにすべきである。すなわち、フィルター部材の一部だけではなく、より多くの部分を脱気液が通過することによって、脱気液処理が有効に作用する部分を多くし、（３）の工程の処理効率をより高くすることができる。脱気液が通過しなかった部分は、（３）の工程の処理効率が改善されないので、そのような部分が多いと全体的な再生効率が低下してしまう傾向にある。このような脱気液処理によってフィルターの再生効率が改善される理由は明確ではないが、以下のように考えられる。すなわち、脱気液をフィルターに通すことにより、ろ過使用済みのフィルター部材の細孔内部が効率よく濡らされる。それにより細孔内の空気が除去され、またはフィルター細孔内に目詰まりしたシリカ粒子表面の疎水性雰囲気が親水性に置換される。その結果、（３）の工程で用いるアルカリ含有溶液とフィルター部材またはフィルター部材に目詰まりしたシリカ粒子との接触面積が増大する。

[0041] 脱気液処理は、任意の方法で実施することができる。例えば、シリカ分散液の調製工程の下流側配管に、ろ過工程だけをその前後の工程から独立させることができるモジュールなどを設ける。そのモジュールにフィルターを組み付け、調製されたシリカ分散液をろ過する。ろ過の後に、脱気液を一時的に配管に流して脱気液処理を実施する。このような方法は、シリカ分散液のろ過設備とは別の脱気液処理設備を必要としない。脱気液処理の後にモジュールの前後工程につながる配管を閉じ、脱気液をアルカリ含有溶液に置換すればよい。（２）の工程における脱気液処理で用いた脱気液が（３）の工程で用いるアルカリを含んでいれば、密閉されたモジュール内の脱気液の置換なしに、（３）の工程を継ぎ目無く開始することができる。また、一旦脱気液処理がなされたフィルターは、乾燥させない限り空気と接触させても本発明の効果を発揮することができる。このため、フィルター部材に脱気液を通

すことができる専用の装置を使用して脱気液処理済みのフィルターを多数準備しておき、それらを必要に応じて（３）の工程に用いることも可能である。このような方法は、シリカ分散液の調製工程の配管に異なる液体やアルカリ等を流す必要を無くし、シリカ分散液の連続的な調製を可能にする点で好ましい。

[0042] 脱気液処理において、フィルター部材に通過させる脱気液の量は多いほど好ましい。具体的には、フィルター部材を通過する脱気液の体積Ｘの、フィルター部材の体積Ｙに対する比（Ｘ／Ｙ）、すなわち単位体積当たりのフィルター部材を通過する脱気液の体積が５倍以上であることが好ましく、１０倍以上であることがより好ましい。比Ｘ／Ｙが大きいほど、本発明の効果が十分に発揮される傾向にある。これは、フィルター中の細孔内部の空気が効率よく除去されるためと考えられる。単位体積当たりのフィルター部材を通過する脱気液の体積が多すぎても本発明の効果が小さくなることは無いので、フィルター部材に通過させる脱気液の体積の上限は特に限定されない。ただし、製造効率やコストの観点から過度に多量の脱気液を使用することは避けるべきである。尚、ここでフィルター部材の体積とは、フィルターの細孔容積などを含んだマクロ的な体積を指す。具体的には、「フィルター部材の体積」とは、デプスフィルターにおいてはフィルターメディア部分全体の体積、すなわち成形されたフィルター部材の体積を示し、膜形状のメンブレンフィルターにおいては、その膜の体積を示し、プリーツ構造を有するメンブレンフィルターにおいては、筒状フィルター部材の体積、つまりフィルターメディア部分の最外周から最内周までの、プリーツ間の空間を含めた全体の体積を示す。

[0043] 本発明の（２）の工程におけるフィルターの湿潤化は、超音波や振動等の物理的な衝撃を与える方法と組み合わせることもできる。これらの方法を組み合わせると本発明の効果がより向上する傾向にある。その理由は、前記したように、フィルターの細孔中に存在する空気またはフィルター細孔内に目詰まりしたシリカ粒子表面の疎水性雰囲気が、これらの方法を組み合わせる

ことでより効果的に除去されるためと考えられる。

[0044] 本発明の方法は、フィルターにアルカリ含有溶液を接触させる（３）の工程を含む。この工程により、フィルター部材の細孔内に目詰まりしたシリカ粒子を溶解または除去することができる。その結果、フィルターの目詰まりが解消され、フィルターのろ過効率を回復することができる。以下、（３）の工程における処理を単純に「アルカリ処理」という。

[0045] アルカリ処理で用いるアルカリの種類は特に限定されない。例えば、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、または水酸化セシウムなどを含む公知のアルカリ水溶液を使用することができる。特に、水酸化ナトリウムまたは水酸化カリウムを含む溶液が広く工業用に入手可能であり、コスト等を含む実用性の点から好ましい。

[0046] アルカリ処理で用いるアルカリ含有溶液の溶媒の種類は特に限定されないが、（２）の工程で用いられる液体と同一であることが好ましい。（２）の工程で用いられる液体が水の場合、（３）の工程で用いられるアルカリ含有溶液の溶媒は水であることが好ましい。アルカリ含有溶液の溶媒が水である場合には、任意の水、例えば蒸留水、イオン交換樹脂にて不純物イオンを除去した後にフィルターを通して異物を除去した純水や超純水、脱気水などを用いることができる。また、溶媒は有機溶媒であってもよく、混合溶媒であってもよい。特別な設備の必要性やコスト等の観点から、好ましくは水である。

[0047] アルカリ処理で用いるアルカリ含有溶液のアルカリ濃度は、特に限定されない。使用するアルカリの種類および使用するフィルター部材の材質に応じて最適な濃度に調整すべきである。

[0048] アルカリ処理は、任意の方法で実施することができる。例えば、（２）の工程を経たフィルターを、アルカリ含有溶液の入った容器中で浸漬してもよく、あるいはそのフィルターにアルカリ含有溶液を充填するか、もしくはろ過と同じ方向または逆方向から通過させてもよい。特に、アルカリ含有溶液をフィルターに通過させる方法は容易に実施可能であり、短時間で終了する

ので好ましい。また、フィルターにアルカリ含有溶液を通す際に、アルカリ含有溶液を脈動させることが好ましい。この方法によれば、より効果的にアルカリ処理を行うことができるので、短時間で処理が完了するだけでなく、フィルターのろ過性能の回復効率を高めることもできる。アルカリ含有溶液を脈動させながらフィルターに通す方法は、デプスフィルターの場合、特に効果的であるため好ましい。

[0049] 本発明のアルカリ処理の温度の上限は特に限定されないが、通常１００℃以下、好ましくは９０℃以下、より好ましくは８０℃以下である。アルカリ処理の温度が１００℃以下の場合、加圧容器の使用が不要であるため、アルカリ処理設備が簡易になる。

[0050] アルカリ処理の温度の下限も特に限定されないが、通常常温以上、好ましくは４０℃以上、より好ましくは５０℃以上である。この場合、常温とは日本工業規格ＪＩＳ　Ｚ８７０３で規定する２０±１５度をいう。温度が高ければ高いほど、ろ過後のフィルターに目詰まりした物質を効果的に溶解または除去することができ、アルカリ処理の効果が高くなる。

[0051] アルカリ処理の処理時間も特に限定は無く、フィルターのろ過効率が回復するのに必要な時間行われる。具体的なアルカリ処理時間は、フィルターの種類、アルカリ含有溶液の濃度、処理温度、その他設備上の条件により適宜設定されるべきである。適切な時間は、実験によって予め容易に知ることができる。

[0052] 本発明の方法は、（３）の工程を経たフィルターを洗浄する（４）の工程を含む。この処理により、（３）の工程により溶解または除去されたシリカ粒子ならびにフィルター部材の細孔内に留まったアルカリ含有溶液を除去する。以下、（４）の工程における洗浄を、単純に「洗浄」という。

[0053] 洗浄は、任意の方法で実施することができる。例えば、（３）の工程の後のフィルターに洗浄液を一定量通過させてもよい。また、別の方法では、（３）の工程の後のフィルターを洗浄液で満たしてから超音波処理を行ってもよい。設備条件等を考慮し、最適な方法を選択するべきである。

[0054] 洗浄で用いる洗浄液も、特に限定されない。例えば、蒸留水、イオン交換樹脂にて不純物イオンを除去した後にフィルターを通して異物を除去した純水や超純水、脱気水等の任意の水を用いることができる。さらに、洗浄液は本発明の効果を損なわない範囲で任意の添加剤を含んでいてもよい。例えば、様々な還元性脱酸素剤、防腐剤、またはアルコール等を洗浄液に添加してもよい。特に洗浄液の働きを助ける公知の添加剤を用いることが好ましい。

[0055] 本発明の洗浄の温度、圧力およびその他の条件は、特に制限されない。実用性およびコストの観点から、常温・常圧が好ましい。この場合、常圧とは特に減圧も加圧もしないときの圧力をいう。ただし、洗浄の効果を上げるために、加温し、または減圧および加圧することに、何ら問題はない。

[0056] 本発明の実施形態によれば、以下の利点が得られる。

[0057] ・ 本発明の方法を用いることで、目詰まりのためろ過効率が低くなった、または使用不能となったフィルターを再生して再び製品の製造に用いることが可能となる。そのため、製品の製造コストの上昇を抑制できる。また、本発明の方法で製造されたフィルターのろ過効率は従来技術のものよりも高いため、製品の製造コストの上昇をより効果的に抑制できる。

[0058] ・ フィルターの再生は、資源の有効活用という観点から、地球環境の保全に高く貢献できる。

[0059] 本発明の実施形態は次のように変更してもよい。

[0060] ・ 本発明の方法は、（１）～（４）の工程に加えて、フィルターを逆洗する工程を含んでもよい。ここでいう逆洗とは、ろ過とは逆方向に液体を通過させることによりフィルターを洗浄することをいう。本発明の方法において逆洗工程を行う場合、その方法と時期は特に限定されない。例えば、逆洗は本発明の（２）の工程の前に予備洗浄として行われてもよい。また、（４）の工程における洗浄がろ過と同じ方向で行われた場合に、その後の仕上げの洗浄工程として逆洗を行ってもよい。

[0061] ・ 本発明の方法が（１）～（４）の工程に加えて逆洗する工程を含む場合、逆洗で用いる逆洗液も特に限定されない。例えば、蒸留水、イオン交換

樹脂にて不純物イオンを除去した後にフィルターを通して異物を除去した純水や超純水、脱気水等の任意の水を用いることができる。さらに、逆洗で用いる逆洗液は本発明の効果を損なわない範囲で任意の添加剤を含んでいてもよい。例えば、様々な還元性脱酸素剤、防腐剤、またはアルコール等を逆洗液に添加してもよい。特にフィルターの細孔中への逆洗液の導入を助ける公知の添加剤を用いることが好ましい。

[0062] 次に、実施例および比較例を挙げて本発明をさらに具体的に説明する。

[0063] 実施例１および比較例１～５について、それぞれ異なる再生条件でフィルターを処理し、フィルターの再生効率を測定した。（１）の工程におけるろ過の手順及び条件は表１に示すとおりである。（２）の工程における減圧処理の手順及び条件は表２に示すとおりである。（３）の工程におけるアルカリ処理及び（４）の工程における洗浄の手順及び条件は表３に示すとおりである。超音波処理の手順及び条件は表４に示すとおりである。なお、フィルターの再生効率は以下のように算出した。新品のフィルターを用いて表１に示す手順でろ過を行い、フィルターが目詰まりするまで（すなわち、ろ過流量が０．１２５Ｌ／ｍｉｎまで低下するまで）に通過したシリカ分散液の体積を測定した。同様に、表５に示すそれぞれの再生条件で処理したフィルターについて、フィルターが目詰まりするまでに通過したシリカ分散液の体積を測定し、それぞれの値を新品のフィルターについての測定値で除した。表５の“再生効率”欄は、算出された再生効率の値をパーセントで示す。

[0064] [表1]

（1）の工程におけるろ過（目詰まり）の手順及び条件

(i)	シリカ分散液として 25 質量%のヒュームドシリカを含む水溶液を準備した。	
(ii)	手順(i)のシリカ分散液を以下の条件でろ過した。	
	ポンプ:	ダイヤフラムポンプ P0.25
	エアー圧:	0.15 MPa
	フィルター:	デプスフィルター（ポリプロピレン製、フィルターサイズ全長 1.0 inch、ろ過精度 1.0 μm、外径約 7.0cm、内径約 2.7cm）
	ろ過流量:	0.5 L/min（ろ過開始直後）
(iii)	ろ過流量が 0.125 L/min になった時点で、フィルターが目詰まりしたと判断し、ろ過を停止した。	

[0065] [表2]

(2)の工程における減圧処理の手順及び条件

(i)	目詰まりしたフィルターを液体が充填された密閉可能な容器に入れた。	
(ii)	容器を密閉し、以下の条件で減圧処理した。	
	減圧時間:	30 min
	ポンプ:	ポータブルアスピレーターMDA-015(アルバック機工株式会社製)
	減圧条件:	10 kPa
	液体:	5% KOH 水溶液
	温度:	常温
(iii)	容器を大気圧で開放し、常圧雰囲気に戻した。	

[0066] [表3]

(3)の工程におけるアルカリ処理及び(4)の工程における洗浄の手順及び条件

(i)	目詰まりしたまたは(2)の工程を経たフィルターを、5%KOH 水溶液が充填された容器に入れた。	
(ii)	手順(i)のフィルターを、以下の条件で逆洗した。	
	処理時間:	180 min
	ポンプ:	ダイヤフラムポンプ P0.25
	エアー圧:	0.12 MPa
	逆洗流量:	2 L/min
	温度:	40℃
(iii)	手順(ii)を経たフィルターを、一定量の純水で洗浄した。	

[0067] [表4]

超音波処理工程の手順

(i)	目詰まりしたフィルターを、5%KOH 水溶液の入った超音波装置の浴槽内に入れた。	
(ii)	手順(i)のフィルターを、以下の条件で超音波処理した。	
	超音波装置:	PHENIX 1200FM(株式会社カイジョー製)
	出力:	800W
	処理時間:	180min
	周波数:	38±3.5 kHz(FM 変調)
	温度:	40℃

＊なお、超音波処理工程を(3)の工程におけるアルカリ処理と組み合わせる場合は、表3に示す手順(ii)の逆洗処理と同時に、上記に示す条件下で超音波処理を実施した。

[0068]

[表5]

	再生条件			再生効率(%)
	(2)の工程	(3)及び(4)の工程	超音波処理工程	
比較例1	なし	なし	なし	33.7
比較例2	なし	あり	なし	70.6
比較例3	なし	なし	あり	44.5
比較例4	あり	なし	なし	61.1
比較例5	なし	あり	あり	77.4
実施例1	あり	あり	なし	100

表５中、“再生条件”の“（２）の工程”欄は、表２に示す手順で（２）の工程における減圧処理を実施したか否かを示す。“あり”は、表１に示すろ過によって目詰まりしたフィルターを表２に示す手順で減圧処理したことを示す。

[0069] 表５の“再生条件”の“（３）及び（４）の工程”欄は、表３に示す手順で（３）の工程におけるアルカリ処理及び（４）の工程における洗浄を実施したか否かを示す。“あり”は、表１に示すろ過によって目詰まりしたフィルターまたは表２に示す手順で減圧処理されたフィルターを表３に示す手順でアルカリ処理及び洗浄したことを示す。

[0070] 表５の“再生条件”の“超音波処理工程”欄は、表４に示す手順で超音波処理を実施したか否かを示す。“再生条件”の３つの工程のうち、“超音波処理工程”欄のみが“あり”の場合、表１に示すろ過により目詰まりしたフィルターを表４に示す手順で超音波処理したことを示す。また、“再生条件”の３つの工程のうち、“（３）及び（４）の工程”欄及び“超音波処理工程”欄の両方が“あり”の場合、（３）の工程と超音波処理工程を組み合わせて実施したことを意味する。すなわち、表３に示す手順（ｉｉ）の逆洗と同時に、表４に示す手順（ｉｉ）の条件下で超音波処理を実施したことを示す。

[0071] 表５に示されるように、本発明の一実施形態である実施例１の方法では、

高い再生効率を得ることができた。また、表1に示すろ過と実施例１の方法を２回または３回繰り返した後の再生効率も、実施例１と同じ高さであった。それに対し、本発明で規定する処理条件を満たしていない比較例１～５では、実施例１と比較して再生効率が低かった。

請求の範囲

[請求項1] 再生フィルターの製造方法であって、

（１）シリカ粒子を含む分散液のろ過に使用されたフィルターを準備する工程、

（２）前記フィルターを液体で湿潤させる工程、

（３）前記（２）の工程を経たフィルターにアルカリ含有溶液を接触させる工程、及び

（４）前記（３）の工程を経たフィルターを洗浄する工程

を含む方法。

[請求項2] 前記（２）の工程が、前記液体が充填された密閉容器中で前記（１）の工程のフィルターを減圧処理することからなる、請求項１に記載の方法。

[請求項3] 前記（２）の工程が、脱気した液体を前記（１）の工程のフィルターに通すことからなる、請求項１に記載の方法。

[請求項4] 前記液体がアルカリを含む、請求項１～３のいずれか一項に記載の方法。

[請求項5] 前記（３）の工程が、アルカリ含有溶液で前記（２）の工程を経たフィルターを逆洗することからなる、請求項１～４のいずれか一項に記載の方法。

[請求項6] 前記（１）の工程のフィルターが、疎水性フィルターである、請求項１～５のいずれか一項に記載の方法。

[請求項7] 前記（１）の工程のフィルターが、ポリプロピレン製のデプスフィルターである、請求項１～６のいずれか一項に記載の方法。

[請求項8] 前記シリカ粒子を含む分散液が、研磨用スラリーである、請求項１～７のいずれか一項に記載の方法。

[請求項9] 請求項１～８のいずれか一項に記載の方法を用いて製造した、再生フィルター。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2012/062385

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
B01D41/04(2006.01)i, *B24B57/00*(2006.01)i

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)
B01D41/04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2012
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2012	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2012

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 11-151409 A (JSR Corp.), 08 June 1999 (08.06.1999), claims; paragraphs [0001], [0020] (Family: none)	1-9
Y	JP 2004-358286 A (Kabushiki Kaisha Star Cluster), 24 December 2004 (24.12.2004), entire text; all drawings (Family: none)	1-9
A	JP 2009-189999 A (Mitsubishi Electric Corp.), 27 August 2009 (27.08.2009), entire text; all drawings (Family: none)	1-9

☒ 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 application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts 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	Date of mailing of the international search report
07 June, 2012 (07.06.12)	19 June, 2012 (19.06.12)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2012/062385

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2001-269635 A (Shibata Scientific Technology Ltd.), 02 October 2001 (02.10.2001), entire text; all drawings (Family: none)	1-9

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１２／０６２３８５

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　B01D41/04(2006.01)i, B24B57/00(2006.01)i

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　B01D41/04

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１２年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１２年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１２年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
Y	JP 11-151409 A（ジェイエスアール株式会社）1999.06.08, 特許請求の範囲、段落【０００１】、【００２０】（ファミリーなし）	1-9
Y	JP 2004-358286 A（株式会社スター・クラスター）2004.12.24, 全文、全図（ファミリーなし）	1-9
A	JP 2009-189999 A（三菱電機株式会社）2009.08.27, 全文、全図（ファミリーなし）	1-9

☑　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 ０７．０６．２０１２	国際調査報告の発送日 １９．０６．２０１２
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ） 郵便番号１００－８９１５ 東京都千代田区霞が関三丁目４番３号	特許庁審査官（権限のある職員）　４Ｑ　３６２１ 畔津　圭介 電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４６８

Ｃ（続き）．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
A	JP 2001-269635 A (柴田科学株式会社) 2001.10.02, 全文、全図（ファミリーなし）	1-9