

(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

2018年7月5日 (05.07.2018)



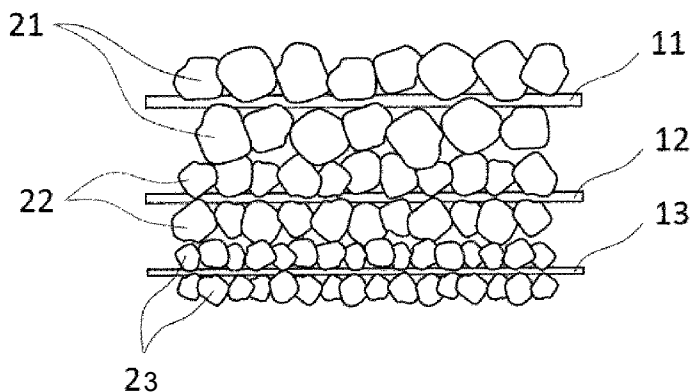
(10) 国際公開番号

WO 2018/124191 A 1

- (51) 国際特許分類 : 9 番 9 号 日本国土開発株式会社内 Tokyo (JP). 朝倉健夫 (ASAKURA Takeo) ; 〒1078466 東京都港区赤坂4丁目9番9号 日本国土開発株式会社内 Tokyo (JP).
- B01D 39/14 (2006.01) C01F 7/00 (2006.01)
B01J 20/28 (2006.01) D06M 11/36 (2006.01)
- (21) 国際出願番号 : PCT/JP20 17/046944
- (22) 国際出願日 : 2017年12月27日 (27.12.2017)
- (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 2016-253377 2016年12月27日 (27.12.2016) JP
特願 2016-253378 2016年12月27日 (27.12.2016) JP
- (71) 出願人 : 日本国土開発株式会社 (JDC CORPORATION) [JP/JP] ; 〒1078466 東京都港区赤坂4丁目9番9号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者 大野睦浩 (OHNO Mutsuhiro) ; 〒1078466 東京都港区赤坂4丁目9番9号 日本国土開発株式会社内 Tokyo (JP). 小林裕 (KOBAYASHI Yutaka); 〒1078466 東京都港区赤坂4丁目
- (74) 代理人 : 奥田律次 (OKUDA Noritsugu) ; 〒3020110 茨城県守谷市百合ヶ丘1-2354-430 Ibaraki (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, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, 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.

(54) Title: FILTRATION BODY USING LAYERED DOUBLE HYDROXIDE AND METHOD FOR MANUFACTURING SAID FILTRATION BODY

(54) 発明の名称 : 層状複水酸化物を用いた濾過体およびその製造方法



(57) ADSTRACT: The purpose of the present invention is to provide a filtration body, and a method for manufacturing the same, with which it is possible to make the distribution of a layered double hydroxide in the filtration body uniform, to prevent the surface of the layered double hydroxide from being coated with a binder or the like, and to thereby improve filtration efficiency compared with the past. This filtration body is characterized in that the layered double hydroxide, which has a crystallite size of 20 nm or less, is carried on a carrier comprising thermo fusing fibers.

(57) 要約 : 濾過体内の層状複水酸化物の分布を均一にすることができると共に、バインダー等により層状複水酸化物の表面が被覆されるのを防ぐことができ、これによつて従来の濾過効率を改善することのできる濾過体およびその製造方法を提供することを目的とする。本発明の濾過体は、結晶子サイズが20 nm以下である層状複水酸化物が、熱溶融繊維からなる担体に担持されていることを特徴とする。



WO 2018/124191 A1

(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, ST, 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, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類 :

- 一 国際調査報告 (条約第21条(3))

明 細 書

発明の名称 : 層状複水酸化物を用いた濾過体およびその製造方法
技術分野

[0001] この発明は、層状複水酸化物を熱熔融繊維からなる担体に担持させた濾過体およびその製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] ハイドロタルサイト等の層状複水酸化物は、層間に種々のイオンや分子等を挿入できる構造を有しており、陰イオン交換能を発現させることができる。このため、層状複水酸化物は、有害物質等を吸着除去する濾過体等に利用されている。

[0003] 従来、層状複水酸化物を用いた濾過体として、例えば、層状複水酸化物の粉末体にバインダーを配合させたものを成型した濾過体（例えば、特許文献1参照）や、造粒機等で作成した層状複水酸化物の粒状体をカラムに充填した濾過体（例えば、特許文献2参照）が知られている。

[0004] 一方、活性炭を用いた濾過体として、熱熔融繊維を担体とし、加熱により熔融させた当該繊維の表面に活性炭の繊維や粒子を接着させたものが知られている（例えば、特許文献3及び特許文献4参照）。

[0005] 特許文献1 : 特許第4709498号

特許文献2 : 特許第5363817号

特許文献3 : 特許第1938657号

特許文献4 : 特許第2986054号

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0006] しかしながら、従来技術による層状複水酸化物を用いた濾過体は、濾過体の下部に層状複水酸化物の粉粒体が密集してしまう等、濾過体内の層状複水酸化物の分布が不均一になるという問題があった。また、バインダーを配合させた場合、層状複水酸化物の粉粒体の表面がバインダーにより被覆されて

しまい、層状複水酸化物としての特性が損なわれるという問題があった。そのため、従来の層状複水酸化物を用いた濾過体は、濾過効率が低いものであった。

[0007] そこで本発明は、濾過体内の層状複水酸化物の分布を均一にすることができると共に、バインダー等により層状複水酸化物の表面が被覆されるのを防ぐことができ、これによつて従来の濾過効率を改善することのできる濾過体およびその製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0008] 上記目的を達成するために、本発明の濾過体は、結晶子サイズが20 nm以下である層状複水酸化物が、熱溶融繊維からなる担体に担持されていることを特徴とする。

[0009] この場合、前記熱溶融繊維は、高融点の繊維に低融点の繊維がコーティングされた二層複合繊維とすることができる。

[0010] また、前記熱溶融繊維からなる担体は、裁断短片状や網状とすることができる。

[0011] また、前記担体が網状である場合、前記濾過体は、当該網状担体の網目を通過することのできない層状複水酸化物が担持されたものとすることができる。

[0012] また、前記層状複水酸化物は、比表面積が $20 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上であることが好ましく、比表面積が $70 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上であることがより好ましい。

[0013] また、前記層状複水酸化物は、層状複水酸化物と水とを含む材料から含水率が70%以下になるまで所定の圧力をかけて水分を除去し、温度が90℃以上110℃以下の条件下で乾燥して製造される粒状体であることが好ましい。

[0014] また、本発明の濾過体の製造方法は、層状複水酸化物を熱溶融繊維からなる網状担体に担持した濾過体を製造する方法であつて、当該網状担体に層状複水酸化物を載置する載置工程と、当該載置工程の後に、当該熱溶融繊維を熱溶融させることにより、載置されている当該層状複水酸化物を当該網状担

体に接着する接着工程と、を有することを特徴とする。

- [001 5] この場合、前記網状担体は、網目サイズの異なる複数種の担体を網目サイズの大きいものが上部になるように順に積層させたものであり、前記載置工程は、積層された当該網状担体の最上部に層状複水酸化物を供給し、当該網状担体の最下部に当該層状複水酸化物が載置されるまで当該網状担体を振とうさせることを特徴とする製造方法であっても良い。

発明の効果

- [001 6] 本発明によれば、濾過体内の層状複水酸化物の分布を均一にすることができ、さらに、バインダー等による層状複水酸化物の表面の被覆を防ぐことができる。これにより、本発明の濾過体は、従来よりも濾過抵抗が小さく、かつ、層状複水酸化物の特性が十分に発揮されるものとなる。

図面の簡単な説明

- [001 7] [図1] 本発明の濾過体の一部を示す部分側面図
 [図2] 本発明の濾過体の一部を示す部分斜視図
 [図3] 本発明の濾過体の一部を示す部分側面図
 [図4] 本発明の濾過体の一部を示す部分分解斜視図
 [図5] 本発明の濾過体の一部を示す部分側面図

発明を実施するための最良の形態

- [001 8] 本発明の濾過体は、結晶子サイズが20 nm以下である層状複水酸化物が、熱溶融繊維からなる担体に担持されていることを特徴とするものである。

- [001 9] まず、本発明の濾過体に用いられる層状複水酸化物およびその製造方法について説明する。

- [0020] 層状複水酸化物は、一般式が $M_{1-x}^{2+}M_x^{3+}(OH)_2(A^{n-})_{x/n} \cdot mH_2O$ (M^{2+} は2価の金属イオン、 M^{3+} は3価の金属イオン、 A^{n-} は陰イオンを表し、 $1/6 < x < 1/3$ 、 m 、 n は自然数である。)で表される不定比化合物であり、ハイドロタルサイト様化合物と呼ばれることもある。2価の金属イオン (M^{2+}) としては、例えば、 Mg^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Li^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Co^{2+} 、 Cu^{2+} 等が挙げられる。また、3価の金属イオン (M^{3+}) としては、例えば、 Al^{3+} 、 Fe^{3+} 、 Cr^{3+} 、 Mn^{3+} 等が挙げられ

る。また、陰イオン (か-) としては、例えば、 cm^n CO_3^{2-} 、 HCO_3^- 、 PO_4^{3-} 、 SO_4^{2-} 、 SiO_4^{4-} 、 OH^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 NO_3^- 等が挙げられる。

[0021] 本発明の濾過体に用いられる層状複水酸化物は、2価の金属イオン (M^{2+})、3価の金属イオン (M^{3+})、陰イオン (A^{n-}) として、どのようなものを用いたものでもよい。また、当該層状複水酸化物は、水酸化物層のシートの積み重なり方が菱面体晶構造、六方晶構造のいずれであつても良い。

[0022] また、本発明の濾過体に用いられる層状複水酸化物は、結晶子サイズが20nm以下のものであり、10nm以下であることが好ましい。また、平均結晶子サイズが10nm以下であることが好ましい。

[0023] また、本発明の濾過体に用いられる層状複水酸化物の比表面積は、特に限定されるものではないが、BET法による比表面積が20m²/g以上のものとすることができ、好ましくは30m²/g以上のものであり、更に好ましくは50m²/g以上のものであり、更に好ましくは70m²/g以上のものである。比表面積の上限は特に限定されない。なお、BET法による比表面積は、例えば、窒素吸脱着等温線を比表面積・細孔分布測定装置を用いて測定し、当該測定結果からBETplotを作成して求めることができる。

[0024] また、本発明の濾過体に用いられる層状複水酸化物は、層状複水酸化物の焼成物であつてもよい。当該焼成物は、例えば、層状複水酸化物を約500℃以上で焼成することにより得ることができる。

[0025] 以下に、本発明の濾過体に用いられる層状複水酸化物の具体的な製造方法を説明する。

[0026] 例えば、一般式が $\text{Mg}_{1-x}^{2+}\text{Al}_x^{3+}(\text{OH})_2(\text{An}^-)_{x/n} \cdot m\text{H}_2\text{O}$ (An-はn価の陰イオン、 $m > 0$) である層状複水酸化物は、以下のような方法で製造することができる。

[0027] まず、アルミニウムイオンとマグネシウムイオンを含む酸性溶液を調製する。

[0028] アルミニウムイオンのアルミニウム源としては、水中でアルミニウムイオンを生成するものであれば良く、特定の物質に限定されるものではない。例えば、アルミナ、アルミン酸ソーダ、水酸化アルミニウム、塩化アルミニウ

ム、硝酸アルミニウム、ボーキサイト、ボーキサイトからのアルミナ製造残渣、アルミスラッジ等を用いることができる。また、これらアルミニウム源は、いずれかを単独で用いても、2種類以上を組み合わせ用いても良い。

[0029] また、マグネシウムイオンのマグネシウム源としては、水中でマグネシウムイオンを生成する物であれば良く、特定の物質に限定されるものではない。例えば、ブルーサイト、水酸化マグネシウム、マグネサイト、マグネサイトの焼成物等を用いることができる。これらマグネシウム源は、いずれかを単独で用いても、2種類以上を組み合わせ用いても良い。

[0030] なお、前記アルミニウム源としてのアルミニウム化合物、マグネシウム源としてのマグネシウム化合物は、前記酸性溶液にアルミニウムイオン、マグネシウムイオンが存在していれば完全に溶解している必要はない。

[0031] また、 $Mg^{2+}_{1-x}Al^{3+}_x(OH)_2(An^-)_{x/\pi} \cdot nH_2O$ で表わされる高結晶質の層状複水酸化物は、アルミニウムイオンとマグネシウムイオンのモル比が1:3 ($x = 0.25$) となっていることが知られている。したがって、酸性溶液中のアルミニウムイオンとマグネシウムイオンのモル比は、1:5 ~ 1:2の範囲とするのが好ましい。この範囲とすることによって、アルミニウム源とマグネシウム源を無駄にすることなく、物質収支的に有利に層状複水酸化物を製造することができる。

[0032] 酸性溶液に含まれる酸としては、水溶液を酸性にするものであれば特に限定されないが、例えば、硝酸や塩酸を用いることができる。

[0033] 次に、アルミニウムイオンとマグネシウムイオンを含んだ前記酸性溶液と、アルカリを含むアルカリ性溶液とを所定の割合で混合する。これにより、層状複水酸化物が生成する。混合は、酸性溶液をアルカリ性溶液へ一気に加えて混合するか、酸性溶液をアルカリ性溶液へ滴下して行うことができるが、これら以外の方法であっても良い。

[0034] ここで、アルカリ性溶液に含まれるアルカリとしては、水溶液をアルカリ性にするものであれば特に限定されないが、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カルシウム等を用いることができる。また、炭酸ナトリウム、炭酸カリ

ウム、炭酸アンモニウム、アンモニア水、ホウ酸ナトリウム、ホウ酸カリウムなどを用いることもできる。これらはいずれかを単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。アルカリ性溶液は、pHを8～14に調製したものをを用いることができ、 pH を8～11に調製したものをを用いるのが好ましい。

[0035] なお、酸性溶液とアルカリ性溶液の混合が完了した後の熟成時間を短くするほど、結晶の成長を抑制することができ、結晶子サイズの小さい層状複水酸化物や比表面積の大きい層状複水酸化物を製造することができる。

[0036] 熟成を止める方法としては、酸性溶液とアルカリ性溶液の混合が完了した後、当該混合液のpHを層状複水酸化物の結晶成長が止まる値まで下げる方法が挙げられる。例えば、一般式 $\text{Mg}^{2+}_{1-x}\text{Al}^{3+}_x(\text{OH})_2(\text{An}^-)_{x/\pi} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ で表される層状複水酸化物の場合、pHが9以下となるようにすれば良い。具体的には、酸性溶液とアルカリ性溶液との混合が完了した後120分以内、好ましくは60分以内、より好ましくは同時に、水で希釈することで、熟成を止めることができる。また、水分を除去することによっても熟成を止めることができる。水分を除去するためには、吸引濾過、遠心分離など水分と層状複水酸化物とを分離するための適当な分離方法を用いれば良い。また、確実に熟成を行わせないためには、酸性溶液とアルカリ性溶液の混合が完了した後、速やかに層状複水酸化物を洗浄するのも良い。なお、合成過程で生成されるNaCl等の塩化物は含有させておいても構わない。

[0037] 上述のようにして水分を除去した直後の層状複水酸化物はゲル状である。本発明に用いられる層状複水酸化物は、当該ゲル状のものであっても良いし、これを乾燥させて粉末状や粒状にしたものであっても良い。

[0038] 層状複水酸化物を粒状にした粒状体は、例えば以下のような方法で製造することができる。

[0039] まず、上述のように生成された層状複水酸化物は、フィルタプレス等の脱水装置を用いて所定の圧力、例えば0.9MPa以上の圧力をかけることにより、水分をできるだけ除去する。次に、層状複水酸化物の結晶水の脱水温

度以下で乾燥させる。換言すると、層状複水酸化物の結晶外の水のみを乾燥させる。具体的には、0.9 MPa以上の圧力をかけて、含水率が70%以下、好ましくは65%以下、更に好ましくは60%以下にした層状複水酸化物を、最終生成物である層状複水酸化物の粒状体の含水率が10%以上20%以下、好ましくは10%以上15%以下、更に好ましくは、11%以上12%以下になるように乾燥させる。ここで、層状複水酸化物の粒状体の含水率を100%以上に保持する理由は、層状複水酸化物の粒状体の含水率が10%未満であると、溶液等に触れた際に層状複水酸化物の粒状体が水分を吸収して体積が急激に膨張し、粒度を保持できなくなるためである。なお、含水率とは水分を含む層状複水酸化物全体の質量に対する水の質量である。層状複水酸化物が含んでいる水分の質量の測定は、「日本工業規格「土の含水比試験方法」(JIS A 1203 : 1999)に準拠して行った。

[0040] なお、乾燥させる温度は、層状複水酸化物の結晶水の脱水温度以下であればどのような温度でも良いが、層状複水酸化物の粒状体の粒径を大きくするためには比較的低温で乾燥させる方が好ましい。ただし、あまり低すぎる温度で乾燥すると、層状複水酸化物の粒状体が水に解け易くなる。したがって、具体的な乾燥温度は、25℃以上125℃以下が良く、好ましくは90℃以上110℃以下が良く、更に好ましくは95℃以上105℃以下が良い。

[0041] また、この乾燥はどのように行っても良く、例えば、通常の乾燥炉等を用いれば良い。勿論、室温で自然乾燥にすることも可能である。また、乾燥時の湿度を高く調節する方が層状複水酸化物の粒状体の形態安定性の点が良い。例えば、乾燥炉内の水蒸気の量を飽和水蒸気量付近(湿度が90%~100%)となるように調節すれば良い。

[0042] また、このようにして乾燥した層状複水酸化物の粒状体をふるいにかけて、析出した塩化物等を除去しても良い。

[0043] また、層状複水酸化物の粒状体は、その濾過体の用途や種類に応じて粒径を調製しても良い。この場合、層状複水酸化物の粒状体の粒径は、例えば、0.24 mm以上が良く、好ましくは0.36 mm以上が良く、更に好まし

くは 1 mm 以上 2 mm 以下が良い。粒径の調製は、どのように行っても良いが、例えば、ハンマー等により破碎し、目的とする大きさの目をもったふるいにかけて行えば良い。

- [0044] 次に、本発明の濾過体に用いられる熱熔融繊維について説明する。
- [0045] 本発明の濾過体に用いられる熱熔融繊維は、加熱により熔融し得る繊維であれば特に限定されるものではないが、高融点の繊維に低融点の繊維がコーティングされた二層複合繊維であることが好ましい。例えば、比較的低融点のポリオレフィン系繊維や EVA 系繊維を、これより高融点の繊維からなる芯部にコーティングしたものをを用いることができる。これにより、低融点表層のみが熔融する温度に加熱すれば層状複水酸化物を接着させることができるので、担体の形状を維持することができる。
- [0046] 本発明の濾過体に用いられる担体の形状は特に限定されるものではないが、裁断短片状や網状にすることが好ましい。
- [0047] 担体の形状が裁断短片状の場合は、層状複水酸化物が接着した裁断短片同士が、熱熔融繊維の表面をバインダーとして複雑に接着連繋される。そしてこれにより、裁断短片間に微細な連通空隙部が形成される。そのため、層状複水酸化物が一部に密集して目詰まりを起こすことを避けることができる。また、濾過体中に占める連通空隙部の占める比率は、成型時の加圧の程度により容易に変更することができる。したがって、用途に応じて、通気性や通水性の異なる濾過体を得ることができる。
- [0048] 裁断短片状の担体を用いた濾過体は、例えば以下のように製造することができる。まず、成形型内に層状複水酸化物と裁断短片状の担体とを振動下で混合充填させる。次に、これを熱熔融繊維の表面のみが熔融する温度に加熱して、層状複水酸化物の担体への接着及び担体同士の接着連繋をさせたいえ、乾燥させる。
- [0049] 担体の形状が網状の場合は、熱熔融繊維を構成糸条として編成された網状担体に、層状複水酸化物が均一に分布されたものを得ることができる。
- [0050] 網状の担体を用いた濾過体は、例えば以下のように製造することができる

。まず、高融点の化学繊維にこれと同系の低融点表層がコーティングされた二層複合繊維を構成糸条として編成された網状担体10を準備する。次に、網状担体10を、低融点表層のみが溶融する温度に加熱し、所定の大きさの層状複水酸化物粒状体20が収容された振動槽を通過させて、層状複水酸化物粒状体20を接着させる。次に、これを乾燥させ、当該乾燥によっても固着されない層状複水酸化物の粒状体を振り落とす。これにより、網状担体10の両面に層状複水酸化物粒状体20が接着した濾過体が完成する。上述の方法により製造された本発明の濾過体の一部を拡大して示す部分側面図を図1に示す。また、当該濾過体の一部を拡大して示す部分斜視図を図2に示す。

[0051] また、網状の担体を用いた濾過体は、以下のように製造することもできる。まず、網状担体10に、層状複水酸化物粒状体20を載置する。このとき、層状複水酸化物粒状体20は、網状担体10の網目を通過することのできない粒状体を少なくとも含むものとする。次に、網状担体10の低融点表層を熱溶融させ、当該載置されている層状複水酸化物粒状体20を網状担体10に接着させる。次に、これを冷却して定着させた後、接着されていない層状複水酸化物の粒状体を振り落とす。これにより、網状担体10の片面（上面）に、網目を通過することのできない層状複水酸化物20が少なくとも接着した濾過体が完成する。

[0052] また、本発明の濾過体は、網目サイズの異なる複数種の担体に層状複水酸化物が担持されたものが、網目サイズの大きいものが上部になるように順に積層されたものであっても良い。これにより、濾過抵抗が小さく、特に深層濾過に好適な濾過体を得ることができる。

[0053] 網目サイズの異なる複数種の担体に層状複水酸化物が担持された濾過体は、例えば以下のように製造することができる。まず、網目サイズの異なる複数種の網状担体10を準備する（例えば、4×4 mmの網目を有する網状担体11、3×3 mmの網目を有する網状担体12、2×2 mmの網目を有する網状担体13の3種類の網状担体を準備する）。次に、これらの各担体を、低融点表層のみが溶融する温度に加熱し、層状複水酸化物粒状体20が収容された振動

槽を通過させて、各網目よりも小さい粒径の層状複水酸化物粒状体20を接着させる（例えば、4 X 4 m mの網目のものに対しては平均粒径3 m mの層状複水酸化物粒状体21、3 X 3 m mの網目のものに対しては平均粒径2 m mの層状複水酸化物粒状体22、2 X 2 m mの網目のものに対しては平均粒径1.5 m mの層状複水酸化物粒状体23を接着させる）。次に、これを乾燥させ、当該乾燥によっても接着されない層状複水酸化物粒状体20を振り落とす。最後に、このようにして得られた濾過体を網目サイズの大きいものが上部になるように順に積層させる。上述の方法により製造された本発明の濾過体の一部を拡大して示す部分側面図を図3に示す。また、当該濾過体の一部を拡大して示す部分分解斜視図を図4に示す。

[0054] また、網目サイズの異なる複数種の担体に層状複水酸化物が担持された濾過体は、以下のように製造することもできる。まず、網目サイズの異なる複数種の網状担体を準備する（例えば、4 X 4 m mの網目を有する網状担体11、3 X 3 m mの網目を有する網状担体12、2 X 2 m mの網目を有する網状担体13の3種類の網状担体を準備する）。次に、網目サイズの大きいものが上部になるように順に積層させ、各担体を連結させる。次に、各担体が積層かつ連結された網状担体の最上部（例えば、網状担体11）に層状複水酸化物を供給する。このとき、層状複水酸化物の粒状体は、各網状担体10の網目を通過することのできない粒状体を少なくとも含むものとする。（例えば、層状複水酸化物粒状体は、網状担体11の網目を通過することのできない層状複水酸化物粒状体31と、網状担体12の網目を通過することのできない層状複水酸化物粒状体32と、網状担体13の網目を通過することのできない層状複水酸化物粒状体33とを少なくとも含む混合物とする）。次に、網状担体を振とうさせる。これにより、層状複水酸化物粒状体20のうち、網状担体の網目を通過することのできる層状複水酸化物は網状担体の下部へとふるい落とされるため、各網状担体の上に層状複水酸化物粒状体が載置された状態が形成される（例えば、網状担体11の上に少なくとも層状複水酸化物粒状体31が載置され、網状担体12の上に少なくとも層状複水酸化物粒状体32が載置され、網状担

体13の上に少なくとも層状複水酸化物粒状体33が載置された状態が形成される)。网状担体の最下部(例えば、网状担体13)に層状複水酸化物粒状体(例えば、層状複水酸化物粒状体33)が載置されるまで当該网状担体を振とうさせた後、网状担体の低融点表層を熱溶融させ、当該載置されている層状複水酸化物粒状体を各网状担体に接着させる。次に、これを冷却して定着させた後、接着されていない層状複水酸化物の粒状体を振り落とす。上述の方法により製造された本発明の濾過体の一部を拡大して示す部分側面図を図5に示す。

実施例

[0055] 以下に、本発明の濾過体に用いられ層状複水酸化物について説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

[0056] 実施例1(比表面積)

製造方法等が異なる4種類の層状複水酸化物1~4を準備し、それぞれの比表面積を測定した。比表面積の測定は、各層状複水酸化物の粉体粒子表面に窒素ガスを液体窒素の温度(−196℃)で吸着させ、その量からBET法によって計算した。その結果を表1に示す。

[0057] [表1]

	BET比表面積 (m ² /g)
層状複水酸化物1	18.2
層状複水酸化物2	70.1
層状複水酸化物3	50.3
層状複水酸化物4	30.2

[0058] なお、各層状複水酸化物1~4の詳細は以下の通りである。

(1) 層状複水酸化物1

和光純薬株式会社製の層状複水酸化物(販売元コード:324-87435)を層状複水酸化物1とした。

(2) 層状複水酸化物2

まず、塩化マグネシウム六水和物(和光純薬工業株式会社製)16.92gと塩化アルミニウム六水和物(和光純薬工業株式会社製)10.06gを

26.98 g の蒸留水に溶解させ、酸性溶液を調製する。また、水酸化ナトリウム（和光純薬工業株式会社製）10 g を30 g の蒸留水に溶解させ、アルカリ性溶液を調製する。次いで、当該酸性溶液とアルカリ溶液を混合し、当該混合溶液に281.85 g の蒸留水を、時間をおかず速やかに添加して、pH 7.5 - 8.5 に調整した。そして、24 時間後に当該溶液をろ過し、得られたろ過物を120℃で10 時間乾燥したものを層状複水酸化物2 とした。

(3) 層状複水酸化物3

まず、塩化マグネシウム六水和物（和光純薬工業株式会社製）16.92 g と塩化アルミニウム六水和物（和光純薬工業株式会社製）10.06 g を26.98 g の蒸留水に溶解させ、酸性溶液を調製する。また、水酸化ナトリウム（和光純薬工業株式会社製）10 g を30 g の蒸留水に溶解させ、アルカリ性溶液を調製する。次いで、当該酸性溶液とアルカリ溶液を混合し、当該混合溶液に281.85 g の蒸留水を、時間をおかず速やかに添加した後、水酸化ナトリウム水溶液を加えてpH 10.0 に調整した。そして、24 時間後に当該溶液をろ過し、得られたろ過物を120℃で10 時間乾燥したものを層状複水酸化物3 とした。

(4) 層状複水酸化物4

まず、塩化マグネシウム六水和物（和光純薬工業株式会社製）16.92 g と塩化アルミニウム六水和物（和光純薬工業株式会社製）10.06 g を26.98 g の蒸留水に溶解させ、酸性溶液を調製する。また、水酸化ナトリウム（和光純薬工業株式会社製）10 g を30 g の蒸留水に溶解させ、アルカリ性溶液を調製する。次いで、当該酸性溶液とアルカリ溶液を混合し、当該混合溶液に281.85 g の蒸留水を、時間をおかず速やかに添加した後、水酸化ナトリウム水溶液を加えてpH 12.0 に調整した。そして、24 時間後に当該溶液をろ過し、得られたろ過物を120℃で10 時間乾燥したものを層状複水酸化物4 とした。

符号の説明

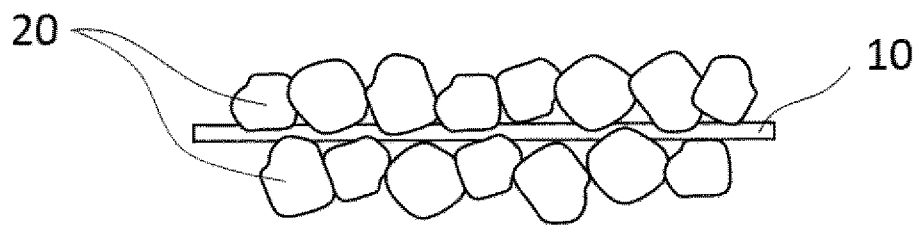
- [0059] 10 网状担体
- 11 网状担体
- 12 网状担体
- 13 网状担体
- 20 层状複水酸化物粒状体
- 21 层状複水酸化物粒状体
- 22 层状複水酸化物粒状体
- 23 层状複水酸化物粒状体
- 31 层状複水酸化物粒状体
- 32 层状複水酸化物粒状体
- 33 层状複水酸化物粒状体

請求の範囲

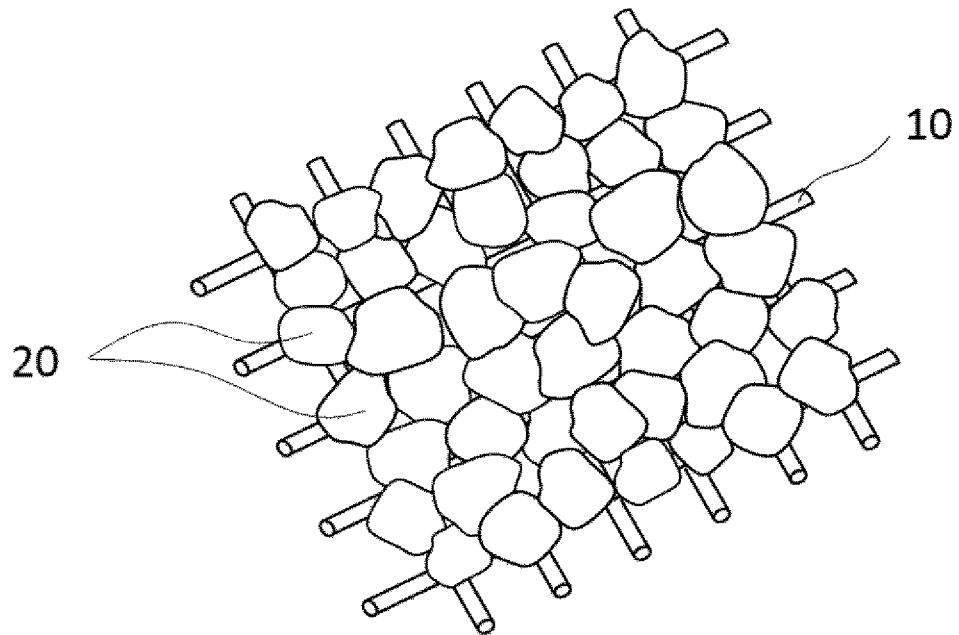
- [請求項1] 結晶子サイズが20 nm以下である層状複水酸化物が、熱溶融繊維からなる担体に担持されていることを特徴とする濾過体。
- [請求項2] 前記熱溶融繊維は、高融点の繊維に低融点の繊維がコーティングされた二層複合繊維であることを特徴する請求項1に記載の濾過体。
- [請求項3] 前記熱溶融繊維からなる担体は、裁断短片状であることを特徴とする請求項1又は2に記載の濾過体。
- [請求項4] 前記熱溶融繊維からなる担体は、網状であることを特徴とする請求項1又は2に記載の濾過体。
- [請求項5] 前記網状の担体に、網目を通過することのできない層状複水酸化物が担持されていることを特徴とする請求項4に記載の濾過体。
- [請求項6] 前記層状複水酸化物は、比表面積が $20 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上であることを特徴とする請求項1ないし5のいずれかに記載の濾過体。
- [請求項7] 前記層状複水酸化物は、比表面積が $70 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上であることを特徴とする請求項1ないし6のいずれかに記載の濾過体。
- [請求項8] 前記層状複水酸化物は、層状複水酸化物と水とを含む材料から含水率が70%以下になるまで所定の圧力をかけて水分を除去し、温度が90℃以上110℃以下の条件下で乾燥して製造される粒状体であることを特徴とする請求項1ないし7のいずれかに記載の濾過体。
- [請求項9] 層状複水酸化物を熱溶融繊維からなる網状担体に担持した濾過体を製造する方法であって、
当該網状担体に層状複水酸化物を載置する載置工程と、
当該載置工程の後に、当該熱溶融繊維を熱溶融させることにより、載置されている当該層状複水酸化物を当該網状担体に接着する接着工程と、
を有することを特徴とする濾過体の製造方法。
- [請求項10] 前記網状担体は、網目サイズの異なる複数種の担体を網目サイズの大きいものが上部になるように順に積層させたものであり、

前記載置工程は、積層された当該網状担体の最上部に層状複水酸化物を供給し、当該網状担体の最下部に当該層状複水酸化物が載置されるまで当該網状担体を振とうさせることを特徴とする請求項9記載の濾過体の製造方法。

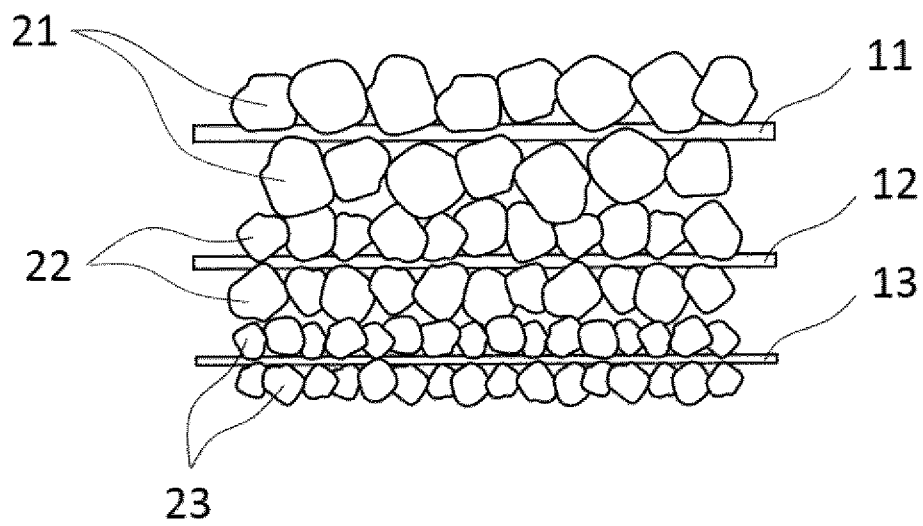
[図1]



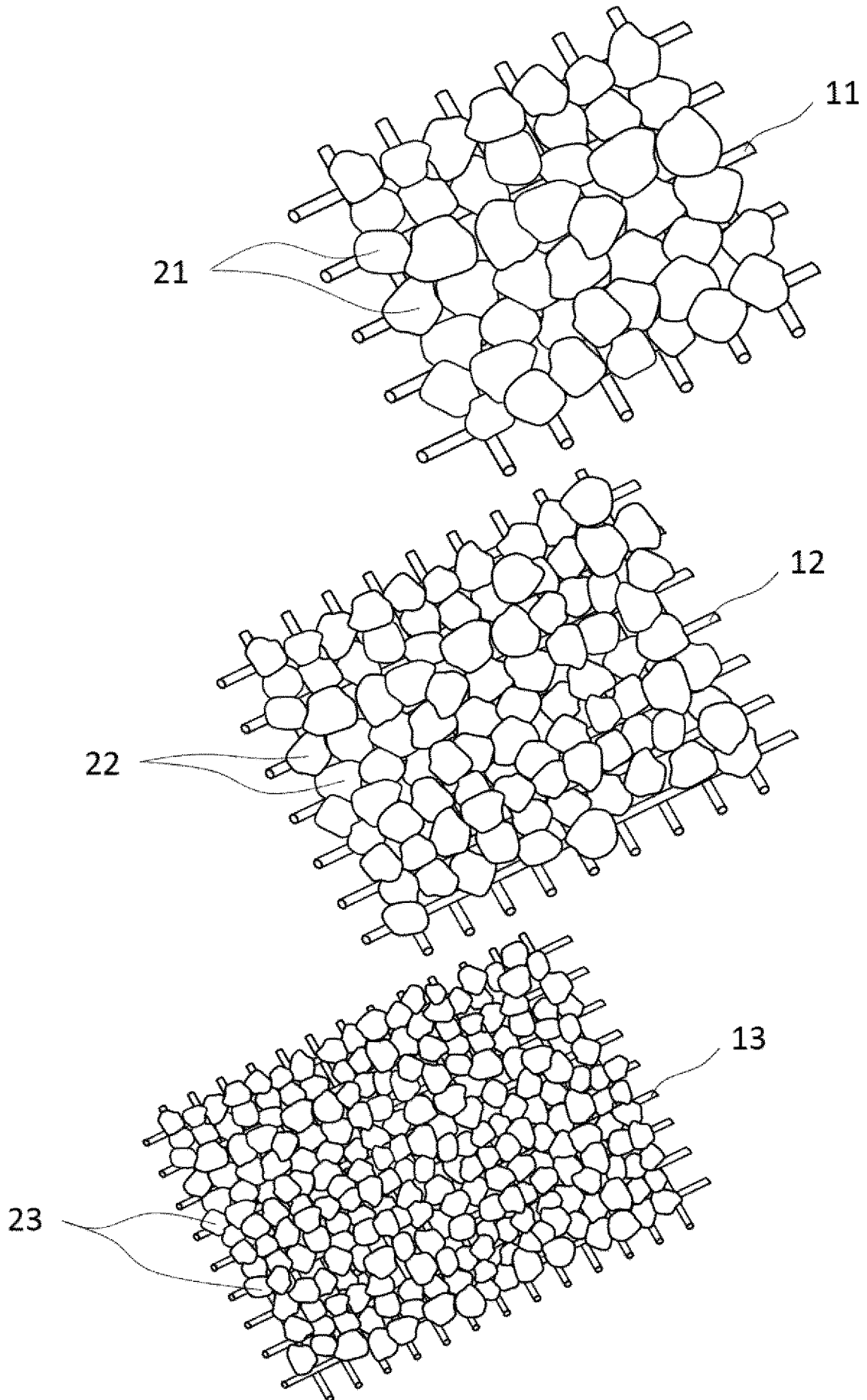
[図2]



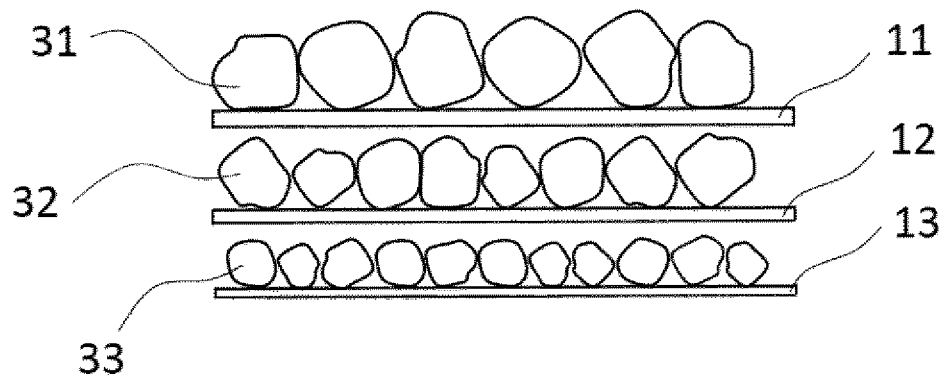
[図3]



[図4]



[図5]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT / JP 2017 / 046944 —

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int .Cl . B01D39/14 (2006 .01) i , B01J20/28 (2006 .01) i , C01F7/00 (2006 .01) i , D06M11/36 (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) Int .Cl . B01D39/00— 20, B01J20/28 , B01J47/00— 15, C01F7/00 , C02F1/28 , 42, D06M11/36 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Published examined utility model applications of Japan 1922-1996 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2018 Registered utility model specifications of Japan 1996-2018 Published registered utility model applications of Japan 1994-2018 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 2005-30 6667 A (WASEDA UNIVERSITY) 04 November 2005, claims, paragraphs [0036] - [0040] (Family : none)	1-9
Y	JP 48-34087 A (TEIJIN LTD.) 15 May 1973, claims (Family : none)	1-9
Y	JP 47-43417 A (TEIJIN LTD.) 19 December 1972, claims (Family : none)	1-9
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> 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 30 May 2018 (30.03.2018)		Date of mailing of the international search report 10 April 2018 (10.04.2018)
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT / JP 2017 / 046944

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category: ^k	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 200 9-39704 A (MORI, Akiko) 26 February 2009, Mode for carrying out the invention, examples (Family : none)	1-9
Y	JP 2009-173535 A (TODA KOGYO CORP.) 06 August 2009, paragraphs [0045] - [0046], [0066], examples & US 2010/02 98133 AI & WO 2009/084208 A1 & EP 222 6308 AI, paragraphs [0045] - [0046], [0066], examples & KR 10-2010-010834 9 A	6-8
A	WO 2008/059618 AI (JDC CORPORATION) 22 May 2008 (Family : none)	1-10
A	JP 2011-514239 A (LUTEK, LLC) 06 May 2011 & US 200 9/01 94484 AI & US 2012/017530 9 AI & US 2013/0068694 AI & US 2014/01 63296 AI & WO 200 9/099882 A2 & EP 224 9940 A2 & CA 27138 68 A	1-10
A	JP 2013-528712 A (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO.) 11 July 2013 & US 2013/0030340 A1 & WO 2011/133396 A1 & EP 2561128 A1 & CN 102859058 A & KR 10-2013-00941 97 A	1-10

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. B01D39/14 (2006. 01) i, B01J20/28 (2006. 01) i, C01F7/00 (2006. 01) i, D06M1 1/36 (2006. 01) i

B. 一 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. B01D39/00-20, B01J20/28, B01J47/00-15, C01F7/00, C02F1/28, 42, D06M1 1/36

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	1922-19
日本国公開実用新案公報	1971-20
日本国実用新案登録公報	1996-20
日本国登録実用新案公報	1994-20

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)
年

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 2005-306667 A (学校法人早稲田大学) 2005. 11. 04, [特許請求の 範囲]、[0036] - [0040] (ファミリーなし)	1-9
Y	JP 48-34087 A (帝人株式会社) 1973. 05. 15, 特許請求の範囲 (ファ ミリーなし)	1-9
Y	JP 47-43417 A (帝人株式会社) 1972. 12. 19, 特許請求の範囲 (ファ ミリーなし)	1-9

c 欄の続きにも文献が列举されている。 「: 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	の日の後に公表された文献
「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	「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
「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	「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
「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)	「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
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日 30. 03. 2018	国際調査報告の発送日 10. 04. 2018
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) 中村 泰三 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
Y	JP 2009-39704 A (森 彬子) 2009. 02. 26, [発明の実施の形態]、[実施例] (ファミリーなし)	1-9
Y	JP 2009-173535 A (戸田工業株式会社) 2009. 08. 06, [0045] - [0046]、[0066]、[実施例] & US 2010/0298133 AI & WO 2009/084208 AI & EP 2226308 AI, [0045] - [0046], [0066], EXAMPLES & KR 10-2010-0108349 A	6-8
A	WO 2008/059618 AI (日本国土開発株式会社) 2008. 05. 22, (ファミリーなし)	1-10
A	JP 2011-514239 A (ルニテック、エルエルシー) 2011. 05. 06, & US 2009/0194484 AI & US 2012/0175309 AI & US 2013/0068694 AI & US 2014/0163296 AI & WO 2009/099882 A2 & EP 2249940 A2 & CA 2713868 A	1-10
A	JP 2013-528712 A (スリーエム イノベイティブ プロパティズ カンパニー) 2013. 07. 11, & US 2013/0030340 AI & WO 2011/133396 AI & EP 2561128 AI & CN 102859058 A & KR 10-2013-0094197 A	1-10