



特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(51) 国際特許分類 5 B01D 17/022, 17/04, C02F 1/28 B01J 20/34, B01D 15/00	A1	(11) 国際公開番号 WO 93/06906 (43) 国際公開日 1993年4月15日 (15.04.1993)
(21) 国際出願番号 PCT/JP92/01244 (22) 国際出願日 1992年9月29日(29.09.92) (30) 優先権データ 特願平3/276273 1991年9月30日(30.09.91) JP 特願平3/325644 1991年12月10日(10.12.91) JP (71) 出願人(米国を除くすべての指定国について) 大平洋金属株式会社(PACIFIC METALS CO., LTD.)[JP/JP] 〒100 東京都千代田区大手町1丁目6番1号 Tokyo, (JP) (72) 発明者; および (75) 発明者/出願人(米国についてのみ) 蘇慶泉(SU, Qingquan)[CN/JP] 速水清之進(HAYAMI, Seinoshin)[JP/JP] 〒100 東京都千代田区大手町1丁目6番1号 大平洋金属株式会社内 Tokyo, (JP) 佐々木弘(SASAKI, Hiroshi)[JP/JP] 〒982 宮城県仙台市太白区芦の口5-8 Miyagi, (JP) (74) 代理人 弁理士 三浦祐治(MIURA, Yuji) 〒156 東京都世田谷区船橋三丁目23番13号 Tokyo, (JP) (81) 指定国 CA, JP, US.	添付公開書類 国際調査報告書 補正書・説明書 添付公開書類 国際調査報告書	
(54) Title : METHOD FOR TREATING AQUEOUS SOLUTION CONTAINING FINE PARTICLES (54) 発明の名称 微細粒子含有水溶液の処理方法 (57) Abstract A method for separating fine particles contained in an aqueous solution readily to thereby clarify the solution and, if necessary, recovering the separated particles, by using a mineral adsorbent containing 35 to 65 % of SiO ₂ and the balance based on at least one member selected among MgO, CaO, Al ₂ O ₃ and FeO. An aqueous solution containing fine particles is passed through a layer packed with the adsorbent at a pH of 9 or below, whereby the adsorbent is electrified positive while most of the particles are electrified negative. As a result, the fine particles are adsorbed on the adsorbent by an electric attraction, thus separating from the aqueous solution. When the resultant adsorbent is brought into contact with a desorbing solution at a pH of 10 or above, both the particles and the adsorbent are electrified negative. As a result, the particles are separated from the adsorbent by an electric repulsion and migrate into the desorbing solution.		

(57) 要約

微細粒子を含有する水溶液中の微細粒子を簡易な方法で分離し、水溶液を清浄にすると共に、必要に応じて微細粒子を回収する方法に関する。
SiO₂を35~65%含有し残部がMgO, CaO, Al₂O₃, FeOから選ばれる1または2以上を主成分とする鉱物質の付着材を用いる。付着材を充填した充填層に、pHが9以下の微細粒子を含有する水溶液を流過させる。pHが9以下では上記付着材はプラスに帯電し、微細粒子の大部分はマイナスに帯電し、電氣的引力によって微細粒子は付着材に付着して水溶液から分離する。微細粒子が付着した付着材にpH10以上の剥離溶液を接触させると、微細粒子はマイナスに、付着材もマイナスに帯電して電氣的斥力によって微細粒子は付着材から分離して剥離溶液に移行する。

情報としての用途のみ

PCTに基づいて公開される国際出願のハンフレット第1頁にPCT加盟国を同定するために使用されるコード

AT	オーストリア	FR	フランス	NL	オランダ
AU	オーストラリア	GA	ガボン	NO	ノルウェー
BB	バルバドス	GB	イギリス	NZ	ニュー・ジージーランド
BE	ベルギー	GN	ギニア	PL	ポーランド
BF	ブルキナ・ファソ	GR	ギリシャ	PT	ポルトガル
BG	ブルガリア	HU	ハンガリー	RO	ルーマニア
BJ	ベナン	IE	アイルランド	RU	ロシア連邦
BR	ブラジル	IT	イタリア	SD	スーダン
CA	カナダ	JP	日本	SE	スウェーデン
CF	中央アフリカ共和国	KP	朝鮮民主主義人民共和国	SK	スロヴァキア共和国
CG	コンゴ	KR	大韓民国	SN	セネガル
CH	スイス	LI	リヒテンシュタイン	SU	ソヴェート連邦
CI	コート・ジボアール	LK	スリランカ	TD	チャード
CM	カメルーン	LU	ルクセンブルグ	TG	トーゴ
CS	チェコスロヴァキア	MC	モナコ	UA	ウクライナ
CZ	チェッコ共和国	MG	マダガスカル	US	米国
DE	ドイツ	ML	マリ	VN	ヴェトナム
DK	デンマーク	MN	モンゴル		
FI	フィンランド	MR	モーリタニア		
ES	スペイン	MW	マラウイ		

明 細 書

微細粒子含有水溶液の処理方法

〔技術分野〕

本発明は、上下水処理、工業廃液処理等の環境保全分野、油水分離、
5 溶媒抽出等の資源のリサイクル分野、微細粒子を取扱うセラミック工業、
医薬品工業、電子工業等の分野において、水または水溶液を清浄にする
と共に微細粒子を濃縮しあるいは回収する方法に関する。

〔背景技術〕

従来、 $10\mu\text{m}$ 以下の微細固形粒子が懸濁した水溶液から微細固形粒
10 子を分離する処理としては、凝集剤を添加し、比較的大きな二次粒子即
ちフロックを形成させ、これを沈殿させて分離しあるいは加圧浮上させ
て分離する方法が一般に用いられている。この際微細固形粒子は沈殿物
中にあるいは加圧浮上物中に濃縮されて分離される。しかしこの方法は
能率が悪く凝集剤を用いるためにコストが高く、更に微細粒子の含有量
15 が 100ppm 以下で希薄な場合は凝集剤の添加量が過剰となるため、
処理後の溶液や微細粒子が凝集剤によって汚染されるという問題点があ
る。

また、この方法で処理した水溶液を、更に天然の砂層を流過させて残
余の微細粒子を除去する場合もあるが、天然の珪酸質の砂を用いた砂層
20 は後で述べる如く微細粒子を捕捉する効率が低く、更に砂層が目詰りし
易いという問題点がある。

また微細粒子を含有する水溶液を、例えば中空糸膜のような細かい目
を有するフィルターを通過させて、 $10\mu\text{m}$ 以下の微細粒子を直接分離
する方法もある。しかしこの方法ではフィルターが目詰りし易いために、
25 加圧処理あるいは減圧処理が余儀なくされ、またフィルターの頻繁な逆

洗が必要のため多量の逆洗液が必要で、処理が煩瑣でありかつ処理コストが高いという問題点がある。

10 $10\ \mu\text{m}$ 以下の微細液状粒子の乳濁液の処理には、エマルジョンブレイカーと称する凝集剤を添加して微細液状粒子同士を凝集させて液面に
5 浮かせた後、例えば界面疎水性を持つ吸着材を用いて捕捉する方法が一般的である。また、空気の導入によって浮上させた後で捕集する方法もある。しかしこの方法においても、微細液状粒子の濃度が $100\ \text{ppm}$
以下の希薄な場合は凝集剤の添加によって処理液が汚染するという問題点があり、また凝集剤や吸着材は比較的高価なために処理コストが高い
10 という問題点がある。

以上述べた如く、含有する粒子が $10\ \mu\text{m}$ 以下の微細粒子の場合は、従来は微細粒子を水溶液から分離する能率が悪く、コスト高であり、特に微細粒子の含有量が $1\sim 100\ \text{ppm}$ の希薄な水溶液の場合は、微細粒子を水溶液から分離する処理は容易ではなかった。

15 [発明の開示]

本発明は、簡単なプロセスで、高能率且つ低コストで、 $10\ \mu\text{m}$ 以下の微細粒子を分離する事ができ、また凝集剤等を用いることがないために、微細粒子の含有量が $1\sim 100\ \text{ppm}$ の希薄溶液の場合も微細粒子や溶液を汚染することがなく高純度の微細粒子を分離し高純度の水溶液
20 を得る事が可能な、微細粒子含有水溶液の処理方法を提供するものである。

本発明は、 $10\ \mu\text{m}$ 以下の微細粒子を含有する水溶液をpHを9以下に調整した後、付着材を充填した充填層を通過させて、微細粒子を付着材に付着させて分離する。この際の付着材は、 SiO_2 を35～65重量%含有し残部は MgO 、 CaO 、 Al_2O_3 、 FeO から選ばれる1ま
25

たは2以上を主成分とする鉱物質の繊維である。

本発明では、 $10\ \mu\text{m}$ 以下の微細粒子を含有する水溶液を処理する。 $10\ \mu\text{m}$ 超の含有粒子は、水溶液を例えば沈殿池等に静置する事によって、自然に沈殿しあるいは浮上するために、水溶液から容易に除去することができる。また通常の濾過等によっても容易に除去することができる。しかし $10\ \mu\text{m}$ 以下の微細粒子、例えば $0.1\sim 1.0\ \mu$ の微細粒子は、これらの方法では水溶液から分離する事は難しい。

本発明では微細粒子を含有する水溶液のpHを9以下に調整する。このpH調整は付着材の界面をプラスに荷電し、微細粒子の界面をマイナスに荷電するために行う。本発明の付着材は、pHが10以上のアルカリ性の水溶液中ではマイナスの界面電位を有し、pHが5~9の中性的水溶液中ではプラスの界面電位を有し、pHが更に低い酸性の水溶液中ではプラスの界面電位は更に大きくなる。

一方、通常の汚濁水中の $10\ \mu\text{m}$ 以下の微細粒子の大部分は、pHが10以上の水溶液中ではマイナスの界面電位を有し、pHが5~9の水溶液中でもマイナスの界面電位を有する。

本発明の請求の範囲(1)に記載の如く、 $10\ \mu\text{m}$ 以下の微細粒子を含有する水溶液のpHを9以下に調整して、本発明の付着材を充填した充填層内を流過させると、付着材はプラスに荷電し、微細粒子はマイナスに荷電するため、電氣的引力によって微細粒子は付着材に付着して、水溶液から分離される。

本発明では水溶液のpHを9以下に調整するが、微細粒子が固形の微細粒子の場合は、請求の範囲(3)に記載の如く、pHは5~9の範囲に調整すればよい。固形の微細粒子を含有する水溶液、例えば汚濁水はpHが5~9の場合が多いが、この場合は格別なpH調整を要しない。付

着材はこのpHの水溶液中でプラスに荷電し固形の微細粒子はマイナスに荷電し、固形の微細粒子は電氣的引力によって付着材に付着して分離される。本発明においては、微細粒子は電氣的引力によって付着材に付着するため微細粒子の含有量が1～100ppmの希薄な水溶液においても、微細粒子は付着材に付着し、微細粒子の含有量が1ppm以下の高純度の水溶液が得られる。また本発明では、凝集剤等を用いないために、分離された微細粒子や水溶液は凝集剤等を含むことなく、高い純度に保たれている。

本発明の請求の範囲(2)においては、微細粒子を付着材に付着させて分離した後で、別途に作成したpHが10以上の剥離溶液を充填層に流過させて、付着した微細粒子を付着材から剥離除去し、付着材を再生させ、微細粒子を回収する。既に述べた如く、pHが10以上の水溶液中では、本発明の付着材はマイナスの界面電位を有し、また微細粒子もマイナスの界面電位を有する。このために微細粒子が付着した充填層中にpHが10以上の剥離溶液を流過させると、付着した微細粒子は電氣的斥力によって、付着材から剥離する。

本発明の請求の範囲(4)を説明する。水溶液中に含有されている粒子が液状(例えば油等)の粒子で、この液状粒子の大きさが10 μ m以上の大きな粒子は既に述べた如く、沈殿池等で自然浮上させてあるいは濾過等によって、予め容易に除去することができる。一方10 μ m以下の液状の微細粒子は、通常界面活性剤等によってマイナスの界面電位を有するものが多い。

10 μ m以下の液状の微細粒子を含有する水溶液のpHを9以下に調整して、本発明の付着材を充填した充填層内を流過させると、付着材は既に述べた如くpHが9以下の水溶液中ではプラスに荷電し、一方液状

の10 μ m以下の微細粒子はマイナスに荷電しているため、微細粒子は強い電氣的引力によって付着材に付着して、溶液から分離する。

本発明の請求の範囲(2)に記載の如く、液状の微細粒子の場合も、別途に作成したpHが10以上の剥離溶液を用いるが、pHが10以上の水溶液中では本発明の付着材はマイナスの界面電位を有し、付着している液状の微細粒子もマイナスに荷電しているため、電氣的斥力によって、付着した微細粒子は付着材から剥離する。

本発明の付着材は、SiO₂を35~65重量%含有し、残部がMgO、CaO、Al₂O₃、FeOから選ばれる1または2以上を主成分とする鉍物質の繊維である。以下に成分を限定する理由を述べる。

SiO₂が65重量%超の鉍物質の繊維、例えばガラス繊維は、等電点がpHが低い強酸性の範囲にある。従ってpHが5~9の中性の、あるいはpHが7近傍の中性に近い水溶液中では界面電位が小さくあるいは界面電位がマイナスで、マイナスに荷電している微細粒子を吸着する電氣的引力が弱い。強い酸性の溶液中では、このガラス繊維もプラスに荷電して、同じpHにおいて依然マイナスに荷電している微細粒子を吸着できる。しかし処理する微細粒子含有水溶液を常に強い酸性に調整する事は面倒であり、かつ処理コストが高くなるという問題点がある。

SiO₂の最大含有量が65%以下で、MgO、CaO、Al₂O₃、FeOから選ばれる1または2以上を35%以上含有する本発明の付着材は、pHが7以下の酸性では勿論pHが7~9の弱アルカリ性の水溶液中でもプラスに荷電する。既に述べた如く例えば汚濁水溶液にはpHが既に5~9のものが多い。本発明ではpHがこれ等の水溶液の場合は、pHを調整する格別の処理は不必要である。本発明の付着材はこれ等の汚濁水溶液中でもプラスに荷電するため、マイナスに荷電している微細

粒子を強い電氣的引力で吸着する。本発明では、微細粒子含有水溶液を強い酸性にしないために、そのpH調整は省略が可能であり、あるいは簡易であり、処理コストが低減する。

本発明の付着材のSiO₂の最小含有量は35%である。SiO₂の含有量が35%未満では、残部のMgO、CaO等の含有量が65%超となり、水溶液による繊維の溶損が発生する。

付着材の繊維の直径は1~20μmの範囲が好ましい。この繊維状の付着材は粉粒状の付着材に比べて、微細粒子が付着しても目詰りし難く、また微細粒子の剥離を円滑に且つ確実に行うことができる。

10 付着材の原料としては、金属製錬スラグや天然岩石を用いることができる。金属製錬スラグとしては、フェロニッケル製錬スラグ、製鉄スラグ（高炉スラグ、転炉スラグ）、フェロクロム製錬スラグ、フェロマンガ
ン製錬スラグ、銅製錬スラグ、鉛製錬スラグ等があり、天然岩石としては玄武岩、カンラン岩、蛇紋岩、長石、ケイ石等をあげることができ
15 る。本発明の付着材は、これ等の原料を用いて製造する。この付着材の代表例としては、フェロニッケル製錬スラグから製造した繊維、高炉スラグ繊維、ロックウール、セラミックファイバー等が挙げられる。

付着材には、TiO₂、MnO₂、Cr₂O₃、Na₂O、K₂O等が含有される事があるが、本発明者等の知見によると、これ等の合計量が10
20 %以下の場合、付着材としての性能に大きな影響はない。

本発明では付着材を例えば筒型容器に充填して充填層を形成し、この充填層に水溶液を流過させる。付着材を充填する際に付着材は均一に充填してもよいし、あるいは処理する溶液の流過方向に沿って充填密度を変えてもよい。処理する水溶液の流過方向は充填層に対して下向流また
26 は上向流または側向流のいずれでもよい。付着材は界面親水性に優れて

いるので、処理液の流過抵抗が極めて小さく、界面疎水性の微細粒子を有効に分離することができる。

微細粒子が十分に付着した充填層は、汚濁水溶液等処理した後で、別途製造したpHが10以上の剥離溶液を流過させる。剥離溶液はアルカリ性であり、充填層を流過させると、既に述べた如く、付着材はマイナスに荷電し、付着材に付着している微細粒子もマイナスに荷電して、微細粒子は付着材から剥離する。本発明者の知見によると、充填層容積の約2倍の剥離溶液を流過させると、ほとんどの微細粒子が付着材から剥離する。本発明では、充填層容積の約2倍の、少量の剥離溶液で微細粒子が剥離するため、微細粒子は剥離溶液に高い濃度に濃縮される。本発明を、微細粒子を含有する汚濁水溶液から微細粒子を分離して、清浄な水溶液を製造する例を述べたが、本発明によると、微細粒子を少量の剥離溶液中に濃縮することができるために、本発明は、微細粒子含有水溶液中の有用な微細粒子を濃縮して採取し、回収する方法としても使用することができる。

本発明では、pHが10以上の剥離溶液を用いるが、他の剥離液の使用を拒むものではない。例えば微細粒子が油性の液状の微細粒子の場合は、油性微細粒子を溶解することができる例えばエタノールやアセトン等の有機溶媒を剥離液として、単独に、あるいはpHが10以上の本発明の剥離溶液の使用と併行して用いることができる。

[発明を実施するための最良の形態]

(1) フェロニッケル製錬スラグを成分調整して製造した繊維(大平洋金属(株)製)を付着材として用いた。その主成分はSiO₂: 52.8 wt%, MgO: 26.6 wt%, Al₂O₃: 13.6 wt%, CaO: 0.5 wt%, 全Fe: 2.4 wt%, 全Cr: 0.5 wt%で、繊維平

均径は4 μm である。

このスラグ繊維150 gを直径70 mm、長さが185 mmのアクリル樹脂製カラムに充填し、充填層として実験に用いた。

熱加水分解法によって作った平均粒径0.13 μm のヘマタイト超微
5 粒子を用いて濃度10 ppmの懸濁液を調製し、KOH及びHNO₃で
pH8.0に調整して処理液とした。また、KOHを用いてpHを12.
3に調整した水溶液を剥離溶液として実験に供した。

前記処理液40 lを前記充填層に流過速度500 ml/分で連続的に
流過させた。この流過処理した後の溶液中のヘマタイトの残留濃度を測
10 定すると、0.5 ppm以下という極めて低い値が得られ、ヘマタイト
粒子の捕集率が95%以上に達していた。

ついで、前記剥離溶液2 lを前記充填層に流過速度250 ml/分で
流過させた。すると、捕集されたヘマタイト粒子の95%以上が充填層
から初期の約1 lの剥離溶液中に剥離され、濃度が400 ppm近くに
15 達するヘマタイト懸濁液として回収された。このように、付着処理とそ
の後に続く剥離処理により、極希薄で超微粒のヘマタイト粒子の懸濁液
から超微粒子を付着材に付着させ、水を非常に清浄なものにすると共に、
超微粒子を40倍も濃縮して分離回収することが出来た。また充填層は
再生され、次の付着処理に支障なく用いることができた。

20 比較例として、繊維平均径が約15 μm の市販のガラス繊維(SiO₂ :
90重量%以上)150 gを用いて、上記と同様の充填層を形成し、上
記と同じヘマタイト超微粒子を含有する懸濁液を上記と同じ要領で充填
層を流過させた。しかしこの比較例では充填層を流過した後の溶液中の
ヘマタイトの残留濃度は約7 ppmで、ヘマタイトの超微粒子を溶液か
25 ら有効に除去することができなかつた。

(2) 前記(1)に記載のカラムに、高炉スラグ繊維150gを充填し、
充填層として実験に用いた。この高炉スラグ繊維の主成分はSiO₂：
48.10wt%，MgO：8.42wt%，CaO：31.07wt%，
Al₂O₃：16.05wt%，全Mn：0.24wt%，全Fe：1.7
5 8wt%で平均繊維径は5μmである。

天然の石英を繰り返して粉碎、分級することによって得た平均粒径0.
3μmの石英超微粒子を用いて濃度10ppmの懸濁液を調製し、処理
液として実験に供した。この処理液のpHは6.5であった。またKOH
HでpH12.0に調整した水溶液を剥離溶液とした。

10 この処理液20lを充填層に流速500ml/分で連続的に流過させ
たが、流過した後の水溶液中の残留石英濃度が1ppm以下に低下し、
90%以上の捕集率が得られた。

ついで、前記剥離溶液1.5lを流速250ml/分で2回繰り返して
て前記充填層に流過させると、捕集された石英粒子が99%以上充填層
15 ら剥離溶液に剥離し、約130ppmの懸濁液として回収された。この
実施例によると希薄石英超微粒子懸濁液は付着処理とその後続く剥離
処理により、水を非常に清浄なものにすると共に、粒子を濃縮、分離回
収することが出来た。

比較例として、繊維平均径が約15μmの、市販のガラス繊維(Si
20 O₂：90重量%以上)150gを用いて、上記と同様の充填層を形成
し、上記と同じ石英超微粒子を含有する懸濁液を上記と同じ要領で、充
填層を流過させた。しかしこの比較例では、充填層を流過した後の溶液
中の石英超微粒子の残留濃度は約9ppm以上で、石英超微粒子を溶液
から実質的に除去することができなかった。

25 (3) 前記(1)に記載のカラムに、平均繊維径が2.8μmのセラミ

ックファイバー250gを充填し、充填層として用いた。このセラミックファイバーの主成分は、 SiO_2 : 53.2wt%、 Al_2O_3 : 46.2wt%であった。

市販のケロシンを20ppm含有する水溶液を、界面活性剤を添加しないで強撹拌したが、十分に微細な液状の微細粒子を得ることができなかった。このため市販の陰イオン界面活性剤（直鎖ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム）を1~2ppm添加し強撹拌を行ったが、乳濁粒子が極めて微細でかつ安定な乳濁液が得られた。

この乳濁液を HNO_3 を用いてpHを2.8に調整して処理液とした。この処理液10lを充填層に200ml/分の流速で連続的に流過させ、流過後の溶液中のケロシン濃度を測定したが、ケロシン濃度は約2ppmに低下し、ケロシンの捕集率は約90%であった。

ついでpHを11.0に調整した剥離溶液1lを200ml/分の流速で充填層を流過させたが、95%以上のケロシンを付着材から剥離して回収することができた。この充填層を使用して、前記のケロシンの乳濁液を流過する上記の試験を再度行ったが、ケロシンの捕集率は90%以上であった。この乳濁液の微細粒子の吸着処理と剥離処理を5回繰り返すと、充填層には汚れが目視観察されたが、工業用エタノール1lを100ml/分の流速で流過させることにより完全に清浄にする事ができた。

比較例として、繊維平均径が約15 μm の市販のガラス繊維(SiO_2 : 90wt%以上)250gを充填し、上記と同じ乳濁液を上記と同じ要領で充填層を流過させたが、流過後の溶液中のケロシン濃度は10ppmであり、ケロシンの捕集率は低かった。

25 [産業上の利用可能性]

本発明によると、微細粒子含有水溶液をそのまま、あるいは簡易なpH調整を施して、単に充填層を流過させるだけで、微細粒子を非常に低い濃度レベルに低下させることができる。また簡易に製造できる剥離溶液を、微細粒子が付着した充填層に流過させるだけで、微細粒子を充填層から剥離して、充填層を再生すると共に、微細粒子が濃縮された溶液を回収することができる。

本発明によると、溶液が含有する粒子の大きさが極めて微細な場合にも、また溶液中の微細粒子の含有量が極めて希薄な場合にも、簡易にかつ高能率に、水溶液を高いレベルに清浄化し、また高純度の微細粒子を分離回収する事ができる。

請求の範囲

- (1) 10 μm 以下の微細粒子を含有する水溶液を、pHを9以下に調整した後、 SiO_2 を35~65重量%を含有し残部が MgO 、 CaO 、 Al_2O_3 、 FeO から選ばれる1または2以上を主成分とする鉱物質の
5 繊維の付着材を充填した充填層を流過させて、該微細粒子を該付着材に付着させて分離することを特徴とする、微細粒子含有水溶液の処理方法。
- (2) 請求の範囲(1)に記載の方法で微細粒子を付着材に付着させて分離した後、pHが10以上の剥離溶液を充填層に流過させて、微細粒子
10 子含有水溶液の処理方法。
- (3) 微細粒子が固形の微細粒子であり、水溶液のpHを5~9の範囲に調整する事を特徴とする、請求の範囲(1)または(2)に記載の微細粒子含有水溶液の処理方法。
- (4) 微細粒子が液状の微細粒子であり、水溶液のpHを9以下に調整
15 する事を特徴とする、請求の範囲(1)に記載の微細粒子含有水溶液の処理方法。

補正された請求の範囲

[1993年1月26日(26.01.93)国際事務局受理;出願当初の請求の範囲2は取り下げられた;出願当初の請求の範囲1、および3は補正された;他請求の範囲は変更なし。(1頁)]

1. (補正後) 10 μm 以下の微細粒子を含有する水溶液を、pHを9以下に調整した後、 SiO_2 を35~65重量%を含有し残部が MgO 、 CaO 、 Al_2O_3 、 FeO から選ばれる1または2以上を主成分とする鉍物質の繊維の付着材を充填した充填層を流過させて該微細粒子を該付着材に付着させて分離し、その後更にpHが10以上の剥離溶液を充填層に流過させて微細粒子を付着材から剥離して付着材を再生させるとともに微細粒子を濃縮することを特徴とする、微細粒子含有水溶液の処理方法。
2. (削除)
3. (補正後) 微細粒子が固形の微細粒子であり、水溶液のpHを5~9の範囲に調整する事を特徴とする、請求の範囲(1)に記載の微細粒子含有水溶液の処理方法。
4. 微細粒子が液状の微細粒子であり、水溶液のpHを9以下に調整する事を特徴とする、請求の範囲(1)に記載の微細粒子含有水溶液の処理方法。

第19条に基づく説明書

請求の範囲第1項は、補正前の請求の範囲第1項の処理の後で更に補正前の請求の範囲第2項の方法を施す発明に補正する。

請求の範囲第2項は削除する。

請求の範囲第3項は、補正前は請求の範囲第1項と第2項との従属クレームであったものを請求の範囲第1項のみの従属クレームに補正する。

請求の範囲第4項は変更しない。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/JP92/01244

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (if several classification symbols apply, indicate all) ⁶				
According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC				
Int. Cl ⁵ B01D17/022, B01D17/04, C02F1/28, B01J20/34, B01D15/00				
II. FIELDS SEARCHED				
Minimum Documentation Searched ⁷				
Classification System	Classification Symbols			
IPC	B01D17/022, B01D17/04, C02F1/28, B01J20/34, B01D15/00			
Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched ⁸				
Jitsuyo Shinan Koho	1926 - 1992			
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971 - 1992			
III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT ⁹				
Category *	Citation of Document, ¹¹ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹²	Relevant to Claim No. ¹³		
Y	JP, A, 51-64751 (Imperial Chemical Industries, Ltd.), June 4, 1976 (04. 06. 76), Line 10, upper left column to line 9, upper right column, lines 14 to 19, lower right column, page 2 & US, A, 4168229	1, 4		
A	JP, A, 53-46155 (Mitsubishi Rayon Co., Ltd.), April 25, 1978 (25. 04. 78), Claim (Family: none)	1, 4		
A	JP, A, 51-74463 (Nippon Sanso K.K.), June 28, 1976 (28. 06. 76), Lines 6 to 8, upper right column, page 3 (Family: none)	2		
<table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; border: none; vertical-align: top;"> <p>* Special categories of cited documents: ¹⁰</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"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)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </td> <td style="width: 50%; border: none; vertical-align: top;"> <p>"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</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"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</p> <p>"G" document member of the same patent family</p> </td> </tr> </table>			<p>* Special categories of cited documents: ¹⁰</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"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)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"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</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"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</p> <p>"G" document member of the same patent family</p>
<p>* Special categories of cited documents: ¹⁰</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"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)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"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</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"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</p> <p>"G" document member of the same patent family</p>			
IV. CERTIFICATION				
Date of the Actual Completion of the International Search	Date of Mailing of this International Search Report			
October 28, 1992 (28. 10. 92)	November 17, 1992 (17. 11. 92)			
International Searching Authority	Signature of Authorized Officer			
Japanese Patent Office				

国際調査報告

国際出願番号PCT/JP92/01244

I. 発明の属する分野の分類		
国際特許分類 (IPC) Int. Cl. ⁸ B01D17/022, B01D17/04, C02F1/28, B01J20/34, B01D15/00		
II. 国際調査を行った分野		
調査を行った最小限資料		
分類体系	分類記号	
IPC	B01D17/022, B01D17/04, C02F1/28 B01J20/34, B01D15/00	
最小限資料以外の資料で調査を行ったもの		
日本国実用新案公報 1926-1992年 日本国公開実用新案公報 1971-1992年		
III. 関連する技術に関する文献		
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	請求の範囲の番号
Y	JP, A, 51-64751 (イムペリアル・ケミカル・ インダストリス・リミテッド), 4. 6月. 1976 (04. 06. 76), 第2頁左上欄第10行-右上欄第9行, 右下欄第14- 19行 & US, A, 4168229	1, 4
A	JP, A, 53-46155 (三菱レイヨン株式会社), 25. 4月. 1978 (25. 04. 78), 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1, 4
A	JP, A, 51-74463 (日本酸素株式会社), 28. 6月. 1976 (28. 06. 76), 第3頁右上欄第6-8行 (ファミリーなし)	2
<p>※ 引用文献のカテゴリー</p> <p>「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」 先行文献ではあるが、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</p> <p>「T」 国際出願日又は優先日の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の文献</p>		
IV. 認 証		
国際調査を完了した日 28. 10. 92	国際調査報告の発送日 17. 11. 92	
国際調査機関 日本国特許庁 (ISA/JP)	権限のある職員 特許庁審査官 野田直人	4 D 6 9 5 3