

(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2005-515879

(P2005-515879A)

(43) 公表日 平成17年6月2日(2005.6.2)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
BO1J 20/26	BO1J 20/26	4D066
BO1D 37/02	BO1D 37/02	4G066
BO1J 20/24	BO1J 20/24	B
CO2F 1/50	CO2F 1/50	51OZ
	CO2F 1/50	52OZ
	審査請求 未請求 予備審査請求 有	(全 16 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2003-563678 (P2003-563678)	(71) 出願人	502021729
(86) (22) 出願日	平成15年1月2日 (2003.1.2)		コズロウ・テクノロジーズ・コーポレイション
(85) 翻訳文提出日	平成16年9月9日 (2004.9.9)		アメリカ合衆国コネティカット州06477-3502, オレンジ, サウスランパートロード269
(86) 国際出願番号	PCT/US2003/000066	(74) 代理人	100091731
(87) 国際公開番号	W02003/063996		弁理士 高木 千嘉
(87) 国際公開日	平成15年8月7日 (2003.8.7)	(74) 代理人	100127926
(31) 優先権主張番号	60/354,062		弁理士 結田 純次
(32) 優先日	平成14年1月31日 (2002.1.31)	(74) 代理人	100105290
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 三輪 昭次
(31) 優先権主張番号	10/286,695		
(32) 優先日	平成14年11月1日 (2002.11.1)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 プレコート濾材、その製造法および使用

(57) 【要約】

本発明はプレコート濾材、その製造法および使用法を提供することを目的とする。

本発明は微生物学的遮断が強化された濾過助剤を含有するプレコートまたはボディーフィード組成物に関する。好ましくは、微生物学的遮断が強化された濾過助剤はその表面の少なくとも一部が微生物学的遮断強化剤で被覆されたフィブリル化リヨセルナノ繊維からなる。微生物学的遮断強化剤は生物学的に活性な金属と組合せたカチオン性物質からなる。バクテリア遮断において微生物学的遮断が強化された濾過助剤を単独で、または未処理バルク濾過助剤と組合せて使用した場合に少なくとも約4の対数減少が達成される。微生物学的遮断が強化された濾過助剤を含有するプレコート組成物は飲料を単一工程で冷滅菌するのに使用することができる。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

その少なくとも一部がそれと会合したカウンターイオンを有するカチオン性物質で被覆された濾過助剤を含有し、生物学的に活性な金属が該カチオン性物質のすぐ近傍で該カウンターイオンとで沈殿されている組成物。

【請求項 2】

濾過助剤は濾過前にセブタム上で濾過ケーキを形成するために使用される請求項 1 記載の組成物。

【請求項 3】

濾過助剤はボディーフィード組成物として流入液に添加される請求項 1 記載の組成物。

10

【請求項 4】

濾過助剤は約 45 に等しいかまたはそれより小さいカナダ標準フリーネスを有する繊維からなる請求項 1 記載の組成物。

【請求項 5】

濾過助剤はナノ繊維、セルロース、珪藻土、活性炭、活性アルミナ、ケイ酸塩、ポリマー樹脂または繊維、またはこれらの組合せからなる請求項 1 記載の組成物。

【請求項 6】

濾過助剤は未処理の濾過助剤物質と混合されている請求項 1 記載の組成物。

【請求項 7】

吸着剤；

20

上記吸着剤と混合され、その少なくとも一部がそれと会合したカウンターイオンを有するカチオン性物質で被覆された濾過助剤を含有し、生物学的に活性な金属が該カチオン性物質のすぐ近傍で該カウンターイオンとで沈殿されている組成物。

【請求項 8】

カチオン性物質は高い電荷密度、約 500 ダルトンより大きい分子量を有し、第 4 級化アミン、第 4 級化アミド、第 4 級アンモニウム塩、第 4 級化イミド、ベンズアルコニウム化合物、カチオン性アミノシリコン化合物、そのポリマー、またはこれらの組合せからなる請求項 1 または 7 記載の組成物。

【請求項 8】

カチオン性物質はハロゲン化ジアリルジメチルアンモニウムのホモポリマーである請求項 1 または 7 記載の組成物。

30

【請求項 9】

生物学的に活性な金属は銀、銅、亜鉛、カドミウム、水銀、アンチモン、金、アルミニウム、白金、パラジウム、またはこれらの組合せである請求項 1 または 7 記載の組成物。

【請求項 10】

吸着剤はセルロース繊維を含み、濾過助剤は約 100 に等しいかまたはそれより小さいカナダ標準フリーネスを有するフィブリル化リヨセル繊維を含む請求項 7 記載の組成物。

【請求項 11】

支持材を用意し；

支持材を濾過助剤で被覆してプレコートを形成し、ここで濾過助剤はその少なくとも一部がそれと会合したカウンターイオンを有するカチオン性物質で被覆されており、生物学的に活性な金属が該カチオン性物質のすぐ近傍でカウンターイオンとで沈殿されており；

40

流入液をプレコートに通過させ；

流入液の汚染物をプレコート上に保持し；そして

清澄な流出液を得る

ことによる流入液を濾過する方法。

【請求項 12】

流入液にプレコートを通させる工程の前に濾過助剤を流入液に加える工程をさらに含む請求項 11 記載の方法。

【請求項 13】

50

支持材を濾過助剤で被覆する工程において、濾過助剤はナノ繊維、セルロース、珪藻土、活性炭、活性アルミナ、ケイ酸塩、ポリマー樹脂または繊維、またはこれらの組合せからなる請求項 1 1 記載の方法。

【請求項 1 4】

支持材を濾過助剤で被覆する工程において、濾過助剤は未処理の濾過助剤物質と混合される請求項 1 1 記載の方法。

【請求項 1 5】

支持材を濾過助剤で被覆する工程において、濾過助剤は第 4 級化アミン、第 4 級化アミド、第 4 級アンモニウム塩、第 4 級化イミド、ベンズアルコニウム化合物、カチオン性アミノシリコン化合物、そのポリマー、およびこれらの組合せからなる群より選択されるカチオン性物質で被覆される請求項 1 1 記載の方法。

10

【請求項 1 6】

支持材を濾過助剤で被覆する工程において、濾過助剤はハロゲン化ジアルルジメチルアンモニウムのホモポリマーで被覆される請求項 1 1 記載の方法。

【請求項 1 7】

支持材を濾過助剤で被覆する工程において、生物学的に活性な金属は銀、銅、亜鉛、カドミウム、水銀、アンチモン、金、アルミニウム、白金、パラジウム、またはこれらの組合せである請求項 1 1 記載の方法。

【請求項 1 8】

流入液中の微生物学的汚染物の対数減少を少なくとも約 4 とする工程をさらに含む請求項 1 1 記載の方法。

20

【請求項 1 9】

実質的に本明細書の実施例で詳しく説明されたような請求項 1 または 7 記載の組成物。

【請求項 2 0】

実質的に本明細書の実施例で詳しく説明されたような請求項 1 1 記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は液体、特に飲料から固体を分離するためのプレコート濾過システムにおいて有用な濾過助剤に関する。

30

【背景技術】

【0 0 0 2】

濾過の機械的方法は典型的に物理的排除により操作する。汚染された流入液に多孔質材料の細孔のサイズより大きいサイズの粒子を保持し、多孔質材料の細孔のサイズより小さいサイズの粒子を含有する流出液の通過を可能にする多孔質材料を通過させる。汚染された流入液中の考えられる最小粒子を捕捉することは高い処理能力をもたらす多孔質材料を通過する流入液の流量と平衡を保っている。

【0 0 0 3】

多孔質層または粉末濾過システムを使用して飲料、特に発酵飲料を濾過することは従来から知られている。例えば、ビールまたはワインはコロイドおよび微生物学的安定性を達成するために、酵母菌および他の濁りの原因となる物質を除去するべく発酵後に濾過される。粉末濾過中に、濾過助剤、一般には特定の細孔径を有する珪藻土またはセルロース繊維のような多孔質材料のプレコートがセプタム上に形成される。濾過助剤の分散液がセプタムを通過すると、大きすぎてセプタムの細孔を通過することができない濾過助剤の繊維または粒子はセプタム上に蓄積して濾過ケーキを形成する。セプタムの細孔より小さい濾過助剤の繊維または粒子は結局、より大きい濾過助剤の繊維または粒子の後ろに留まって最適な濾過のための濾過ケーキの細孔径分布をもたらす。

40

【0 0 0 4】

流体をよく洗練するためには 1 回の濾過操作だけでは不十分であり、そのため多数の濾過工程が必要である。発酵飲料の製造で使用する酵母菌のような微生物学的汚染物を除

50

去するために、フィルターの細孔径は約10ミクロン未満でなければならない。さらに、冷滅菌法は約2ミクロン未満の細孔径を要する。プレコートを使用する従来の濾過システムでは多数の濾過工程を使用することなく流体をよく洗練すること、または単一工程で流体を冷滅菌することは不成功に終わっている。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は液体、特に飲料から固体を分離するためのプレコート濾過システムにおいて有用な濾過助剤を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

最初の見地において、本発明はその少なくとも一部がそれと会合したカウンターイオンを有するカチオン性物質で被覆された濾過助剤を含有し、生物学的に活性な金属がカチオン性物質のすぐ近くでカウンターイオンと一緒に沈殿する組成物に関する。

【0007】

他の見地において、本発明は吸着剤；前記吸着剤と混合され、その少なくとも一部がそれと会合したカウンターイオンを有するカチオン性物質で被覆され、生物学的に活性な金属が該カチオン性物質のすぐ近くで該カウンターイオンと一緒に沈殿されている濾過助剤を含有する組成物に関する。

【0008】

さらに他の見地において、本発明は支持材を用意し；支持材を濾過助剤で被覆してプレコートを形成し、ここで濾過助剤はその少なくとも一部がそれと会合したカウンターイオンを有するカチオン性物質で被覆されており、該カチオン性物質のすぐ近くで生物学的に活性な金属が該カウンターイオンと一緒に沈殿されており；流入液をプレコートに通過させ；流入液の汚染物をプレコート上に保持し；そして清澄な流出液を得ることによる流入液を濾過する方法に関する。

【0009】

好ましい態様の詳細な説明

定義

次の単数または複数形態の用語は本明細書全体を通して次の意味を有する。

【0010】

「吸収剤」は主に不純物をその内部構造に引き込むことにより不純物を吸収することができる物質を意味する。

【0011】

「吸着剤」は主にその表面への物理吸着により不純物を吸着することができる物質を意味する。

【0012】

「バルク濾過助剤」は電荷変化のないプレコート材料および/またはボディーフィード組成物として伝統的に使用される物質を意味する。これらの物質には活性炭、パーライト、珪藻土、セルロース、シリカなどがあるが、これらに限定されない。

【0013】

「汚染物減少」は例えば人間に使用するべく、または工業的用途でより有用であるように流体をより安全なものにするための流体中の不純物の減衰を意味し、不純物は化学的、機械的または生物学的に遮断され、除去され、または不活性なものにされる。

【0014】

「繊維」は例えば数百対1の長さとの高いアスペクト比を特徴とする固体を意味する。繊維に関する考察はホイスクーもまた包含する。

【0015】

「濾過助剤」または「濾過助剤物質」は流体から汚染物を除去するためのプレコート濾過システムにおいて有用な物質を意味する。

10

20

30

40

50

【0016】

「濾材」は流体の濾過を行なう材料を意味する。

【0017】

「流体」は液体、気体、またはこれらの組合せを意味する。

【0018】

「遮断する」または「遮断」は干渉する、すなわち通過を停止して作用する、除去する、不活性にする、または影響を与えることを意味する。

【0019】

「対数減少値」または「LRV」はフィルターの流出液中の微生物の数で割った流入液中の微生物の数の \log_{10} を意味する。

10

【0020】

「微生物学的遮断が強化された濾過助剤」はその少なくとも一部が生物学的に活性な金属と結合したカチオン性物質で被覆された正電荷の濾過助剤を含む濾過助剤またはその一部を意味する。さらに添加剤を加えて微生物学的遮断が強化された濾過助剤をその用途でより有用なものにすることができる。

【0021】

「微生物学的遮断強化剤」はそれと会合したカウンターイオンを有し、生物学的に活性な金属と結合したカチオン性物質を意味する。

【0022】

「微生物」は流体中で懸濁することができる生体、例えばバクテリア、ウイルス、菌類、原生動物、および嚢胞や孢子を含むこれらの生殖形態を意味するが、これらに限定されない。

20

【0023】

「粒子」は特に形状については限定していないが、一般に長さ対幅の比が制限されたコロイドからマクロまでの大きさを有する固体を意味する。

【0024】

「ホイスカー」は粒子と繊維のアスペクト比の中間である制限されたアスペクト比を有するフィラメントを意味する。繊維に関する考察はホイスカーもまた包含する。

【0025】

一般的なプレコート組成物の特性

30

本発明のプレコート組成物は適当な細孔構造および化学的処理の組合せを使用して微生物学的遮断機能を含む向上した濾過作用を示す微生物学的遮断が強化された濾過助剤を含む。プレコート組成物の単独成分として使用される場合、それは微生物学的遮断が強化された濾過助剤は約2ミクロン未満の細孔径をもたらし、約1ミクロン未満になりうる。バルク濾過助剤と組合せて使用すると、微生物学的遮断が強化された濾過助剤は濾過性能を向上させ、フィルターの寿命を延長し、より強固な濾過ケーキをもたらす。微生物学的遮断が強化された濾過助剤をバルク濾過助剤と混合すると、物質の細孔径および少なくとも一部の電荷はより小さい汚染物の遮断を可能にする。特殊な濾過の要求は微生物学的遮断が強化された濾過助剤をバルク濾過助剤と様々な量で混合することにより満たされる。微生物学的遮断が強化された濾過助剤物質はポディーフィード組成物として使用することもできる。

40

【0026】

微生物学的遮断が強化された濾過助剤は約2.0ミクロン未満の平均流路を有することができる物質からなる。好ましくは、微生物学的遮断が強化された濾過助剤は、微生物学的遮断強化剤で処理された単独または組合せたナノ繊維および/またはホイスカー、または活性粒子からなる。本発明のプレコート組成物により得られる濾過ケーキの密な細孔構造は流体から濾過ケーキの表面までの拡散距離を短くする。微生物学的遮断が強化された濾過助剤の表面を処理するために使用される化学的処理法はカチオン性物質および生物学的に活性な金属間の相乗作用を利用し、それらは組合せられると接触時に広域スペクトルの微生物学的汚染物の減少をもたらす。微生物学的遮断が強化された濾過助剤に対してカチオ

50

ン性物質により付与される電荷は微生物学的汚染物の向上した動電学的遮断をもたらし、密な細孔構造は短い拡散路、したがってプレコート組成物の表面に対する流動体中の汚染物の急速な拡散運動を与える。微生物学的遮断が強化された濾過助剤はまた、補助的に微生物学的汚染物の直接的な機械的遮断をもたらす。

【0027】

微生物学的遮断が強化された濾過助剤はその表面の少なくとも一部の、流動電位またはゼータ電位により決定されるような電荷を維持することができる物質からなる。プレコート組成物が飲料を濾過するために使用される場合、水に溶けない食品として安全な親水性物質が好ましい。微生物学的遮断が強化された濾過助剤は有機または無機繊維、ホイスカー、粉末および/または粒子であってよい。好ましくは、微生物学的遮断が強化された濾過助剤は活性炭、パーライト、珪藻土、セルロース、シリカなどからなる。微生物学的遮断が強化された濾過助剤の表面を処理するために使用される化学的処理法は、カチオン性物質および生物学的に活性な金属間の相乗作用を利用し、それらは組合されると少なくとも約3の細菌汚染物の対数減少をもたらす。微生物学的遮断が強化された濾過助剤に対してカチオン性物質により付与される電荷は、細菌汚染物および他の流出液中の望ましくない負電荷粒子の動電学的遮断を支持する。

10

【0028】

濾過助剤物質

本発明のプレコート組成物は、その少なくとも一部がそれと会合したカウンターイオンを有するカチオン性物質で被覆され、生物学的に活性な金属が該カチオン性物質のすぐ近くで該カウンターイオンと一緒に沈殿されている微生物学的遮断が強化された濾過助剤からなる。好ましくは、微生物学的遮断が強化された濾過助剤は限定されないがポリマー、イオン交換樹脂、工業樹脂、セラミックス、セルロース、アスベスト、ガラス、金属、活性アルミナ、カーボンまたは活性炭、シリカ、ゼオライト、珪藻土、パーライト、活性ボーキサイト、フロー土、カルシウムヒドロキシアパタイト、他の吸着性材料、またはこれらの組合せを含む有機および無機材料の多数のナノ繊維および/または粒子状成分からなる。有機および無機繊維および/またはホイスカーまたは粒子の組合せが本発明の範囲内で考えられ、例えばガラス、セラミック、金属繊維およびポリマー繊維を、プレコート組成物中に配合可能な非常に小さい粒子状吸着剤または粒子と一緒に使用することができる。

20

30

【0029】

プレコート組成物はもっぱら微生物学的遮断が強化された濾過助剤で構成されてもよく、またはその一部だけを含むことができる。ある好ましい態様のプレコート組成物は本発明に従って処理された実質的にナノ繊維の濾過助剤物質からなる。好ましくは、ナノ繊維は約100以下、最も好ましくは約45以下のカナダ標準フリーネスを有するセルロースまたはポリマー繊維である。好ましくは、繊維のかなりの部分は約1000ナノメートル以下、より好ましくは約400ナノメートル以下の直径を有するが、直径が約250ナノメートル以下の繊維が最も好ましい。繊維を約1ミリメートル~約8ミリメートル、好ましくは約2ミリメートル~約6ミリメートル、より好ましくは約3ミリメートル~約4ミリメートルの長さに細断することが好ましい。フィブリル化繊維は非常に微細な寸法を有し、潜在的に低コストであるため最も好ましい。

40

【0030】

好ましくは、フィブリル化合成セルロース繊維は本発明に従って処理されると、本発明のプレコート組成物で使用される超微細な親水性の微生物学的遮断が強化された濾過助剤を形成することができる。このようなフィブリル化セルロース繊維は酸化アミンのような有機溶剤に木材パルプを直接溶解し、紡糸することにより製造することができ、リヨセル繊維として知られている。リヨセル繊維は一貫して均一に製造され、例えば天然セルロース繊維の場合とは違って再現性のある結果が得られるという利点を有する。また、リヨセルの繊維はカールを生ずることが多い。カールはかなりの量の繊維のもつれ合いをもたらす、結果として有意な残留湿潤強度を与える。さらに、フィブリル化リヨセル繊維はささ

50

やかな資本コストの装置を使用して多量に製造することができる。セルロース以外の繊維例えば人工繊維、特にアクリルまたはナイロン繊維、または他の天然セルロース系材料を、フィブリル化して非常に微細なフィブリルを製造することができることは理解されよう。フィブリル化および非フィブリル化繊維の組合せを使用して微生物学的遮断が強化された濾過助剤を製造することができる。

【0031】

微生物学的遮断強化剤

濾過助剤物質は濾過助剤物質の表面に正電荷を生じさせることができる微生物学的遮断強化剤で化学的に処理される。化学的処理は流動電位またはゼータ電位分析により測定される強い正電荷を処理表面に生じさせ、この正電荷は10より低い値のpHで維持される。カチオン性物質は帯電した小分子、あるいはそれと会合したカウンターイオンを有するポリマー鎖の長さに沿って正電荷の原子を有する直鎖状または分枝状ポリマーである。カチオン性物質は濾過助剤物質の少なくとも一部に吸着され、該カチオン性物質のすぐ近くで、さらに濾過助剤物質の少なくとも一部の上で生物学的に活性な金属がカウンターイオンと一緒に沈殿される。

10

【0032】

カチオン性物質がポリマーである場合、その電荷密度は好ましくは分子の長さが約30オングストローム毎に約1より大きい帯電原子、好ましくは約20オングストローム毎に約1より大きい帯電原子、より好ましくは約10オングストローム毎に約1より大きい帯電原子である。カチオン性物質の電荷密度が高い程、それと会合したカウンターイオンの濃度は高い。高濃度の適当なカウンターイオンを使用して生物学的に活性な金属の沈殿を促進することができる。高い電荷密度のカチオン性物質は微生物学的遮断が強化された濾過助剤を製造するのに有用な原料の正規の負電荷を吸着し、有意に反転させる能力を付与する。カチオン性物質は、高いまたは低いpH環境下で流動電位またはゼータ電位測定装置により測定される高い正電荷の表面を、微生物学的遮断が強化された濾過助剤に常に付与する。

20

【0033】

十分に高い分子量のポリマーの使用は、活性炭のような濾過助剤物質のメソ孔およびミクロ孔の吸着機能に深刻な影響を与えることなく、微生物学的遮断が強化された濾過助剤の表面の処理を可能にする。カチオン性物質は約5000ダルトン以上、好ましくは100,000ダルトン以上、より好ましくは約400,000ダルトン以上の分子量を有し、さらに約5,000,000ダルトン以上であってよい。

30

【0034】

カチオン性物質には第4級化アミン、第4級化アミド、第4級アンモニウム塩、第4級化イミド、ベンズアルコニウム化合物、ピグアニド、カチオン性アミノシリコン化合物、カチオン性セルロース誘導体、カチオン性スターチ、第4級化ポリグリコールアミン縮合物、第4級化コラーゲンポリペプチド、カチオン性キチン誘導体、カチオン性グアールガム；カチオン性メラミン-ホルムアルデヒド酸コロイド、無機処理シリカコロイドのようなコロイド；ポリアミド-エピクロロヒドリン樹脂、カチオン性アクリルアミド、そのポリマーおよびコポリマー、これらの組合せなどがあるが、これらに限定されない。この用途に使用される帯電分子は、単一带電ユニットを有し、濾過助剤物質の少なくとも一部に付着することができる小分子である。カチオン性物質は好ましくはそれと会合したカウンターイオンを1個またはそれ以上有し、それらは生物学的に活性な金属塩溶液にさらされると優先的にカチオン性表面付近で金属沈殿をひき起こしてコロイド金属沈殿複合体を生成する。

40

【0035】

アミンの例はピロール、エピクロロヒドリン誘導アミン、そのポリマーなどである。アミドの例は国際特許出願番号W0 01/07090に開示されているポリアミドなどである。第4級アンモニウム塩の例は、ハロゲン化ジアリルジメチルアンモニウムのホモポリマー、エピクロロヒドリン誘導ポリ第4級アミンポリマー、ジアミンおよびジハロゲン化物から誘導される第4級アンモニウム塩、例えば米国特許第2,261,002号、第2,271,378号、第2,388,

50

614号および第2,454,547号（これらはすべて参照により加入される）に開示されているものであり、国際特許出願番号W0 97/23594（これもまた参照により加入される）に開示されている臭化ポリヘキサメチレンジメチルアンモニウムなどである。カチオン性物質はそれ自体および/または濾過助剤物質に化学的に結合し、吸着し、または架橋する。

【0036】

さらに、カチオン性物質として使用するのに適した他の物質にはジョージア州ノルクロスのバイオシールドテクノロジー社から入手できるBIOSHIELD(登録商標)がある。BIOSHIELD(登録商標)は約5重量%の塩化オクタデシルアミノジメチルトリメトキシシリルプロピルアンモニウムおよび3%未満のクロロプロピルトリメトキシシランを含有する有機シラン生成物である。使用することができる他の物質はマサチューセッツ州チングズバロのサーファシン開発会社から入手できるSURFACINE(登録商標)である。SURFACINE(登録商標)はポリ(ヘキサメチレンピグアニド)(PHMB)を架橋剤の4,4'-メチレン-ビス-N,N-ジリジルアニリン(MBGDA)と反応させてPHMBをポリマー表面に共有結合させることにより得られる三次元的網状重合体からなる。沃化銀形態の銀が網状構造に導入され、サブミクロンの大きさの粒子として捕捉される。この組合せは有効な殺生剤であり、本発明で使用することができる。濾過助剤物質に応じて、MBGDAはPHMBを微生物学的遮断が強化された濾過助剤と架橋させることができたり、できなかつたりする。

10

【0037】

カチオン性物質は濾過助剤の少なくとも幾つかの表面の少なくとも一部で金属コロイド複合体が沈殿するように生物学的に活性な金属塩溶液にさらされる。このためには生物学的に活性である金属が好ましい。このような生物学的に活性な金属には銀、銅、亜鉛、カドミウム、水銀、アンチモン、金、アルミニウム、白金、パラジウムおよびこれらの組合せがあるが、これらに限定されない。最も好ましい生物学的に活性な金属は銀および銅である。生物学的に活性な金属塩溶液は好ましくは金属とカチオン性物質のカウンターイオンが金属複合体の沈殿を促進する水性環境下で実質的に不溶性であるように選択される。好ましくは、金属は微生物学的遮断が強化された濾過助剤の約0.01重量%～約2.0重量%の量で存在する。

20

【0038】

特に有用な微生物学的遮断強化剤は銀-アミン-ハロゲン化物複合体である。カチオン性アミンは好ましくは約400,000ダルトンの分子量を有するハロゲン化ジアリルジメチルアンモニウムのホモポリマーまたは同様の電荷密度および分子量を有する他の第4級アンモニウム塩である。本発明において有用な塩化ジアリルジメチルアンモニウムのホモポリマーはイリノイ州ネーパービルのカルコ化学薬品会社から商品名MERQUAT(登録商標)100で商業的に入手できる。塩化物カウンターのイオンは臭化物または沃化物カウンターのイオンと置換可能である。硝酸銀溶液と接触すると、微生物学的遮断が強化された濾過助剤の少なくとも一部の上で銀-アミン-ハロゲン化物複合体が沈殿する。

30

【0039】

活性炭は一般に無色の麦芽酒を製造するための濾過助剤物質として使用される。微生物学的遮断が強化された濾過助剤が活性炭を含有する場合、カチオン性物質は好ましくは高い電荷密度および十分に高い分子量を有し、活性炭の負電荷の表面領域との強い引力および高い配位エネルギーを生じさせる。また、活性炭の帯電表面を使用して強化される遮断は、生物学的に活性な金属のコロイドの存在下で、活性炭の疎水性吸着機構により補完される。酸素を豊富に含む化学的性質の炭素表面の未処理部分は、正電荷の粒子を吸着し続ける負電荷を有する傾向がある。陽性、陰性および疎水性表面の組合せは汚染物が行き来するには殆んど乗り越えられない障壁をもたらす。

40

【0040】

濾過助剤物質を微生物学的遮断強化剤で処理した後、活性粒子上の生物学的に活性な金属およびその会合したカウンターのイオンの存在はX線蛍光を使用して検出することができる。

【0041】

50

微生物学的遮断が強化された濾過助剤の製造法

本発明の微生物学的遮断が強化された濾過助剤の製造において有用な濾過助剤物質は、吹き付けコーティング、浸水コーティングなどの当業者に知られている方法に従って微生物学的遮断強化剤で処理することができる。微生物学的遮断強化剤で処理されたナノ繊維からなる微生物学的遮断が強化された濾過助剤を製造するための典型的な方法は下記で説明される。粒子状濾過助剤物質に対する同様の処理法は当業者に知られている。

【0042】

ナノ繊維からなる微生物学的遮断が強化された濾過助剤の製造において、繊維のトウは特定の長さ、通常は約1ミリメートル～約8ミリメートルの範囲、特に約3ミリメートル～約4ミリメートルの範囲に細断される。細断された繊維はブレンダーと同様の特性を有する装置、あるいは大規模な場合は一般に“ハイ-ロー(hi-low)”、“ピーター”または“精製装置”と呼ばれる機械でフィブリル化される。繊維は繰り返しのストレスに付されるが、さらなる細断および繊維の長さの減少は最小限に抑えられる。繊維がこれらのストレスを受けるため、非晶質領域および結晶性領域間の脆弱さの結果として繊維は分裂し、当該技術分野でよく知られている方法により測定されるカナダ標準フリーネス(CSF)が減少し始める。得られるパルプの試料を時々採取し、CSFをフィブリル化度の間接的な指標として使用することができる。CSF値は繊維の長さに僅かに反応しているが、繊維のフィブリル化度には強く反応している。したがって、いかにして簡単に水をパルプから除去することができるかの尺度であるCSFは繊維のフィブリル化度を監視する適当な手段である。表面領域が非常に高い場合、所定の時間でパルプから排水される水は殆んどなく、CSF値は繊維がより広範囲にフィブリル化するにつれて徐々に低下する。一般に、本発明の用途では100以下のCSFを有するパルプが使用され、好ましくはCSFは約45以下である。

10

20

【0043】

パルプは繊維の少なくとも幾つかの表面の少なくとも一部にカチオン性物質を被覆して繊維に電荷を付与するようにカチオン性物質で処理される。カチオン性物質を繊維に塗布する方法は当該技術分野で知られており、カチオン性物質の繊維表面への吸着、化学反応または架橋をひき起こす吹き付け、浸漬または浸水コーティングがあるが、これらに限定されない。次に、処理されたパルプは逆浸透/脱イオン水(RO/DI)で洗浄され、通常は真空下で部分的に脱水されてプレコートを製造し、それは生物学的に活性な金属塩溶液にさらされる。殆んどイオンを含まない洗浄水の使用はカチオン性物質と会合したカウンターイオンを処理した繊維表面にしっかりと引き付け、カチオン性表面から遠く離れた位置での生物学的に活性な金属の制御されていない沈殿をひき起こしうる望ましくないイオンを除去する。

30

【0044】

金属塩の溶液は繊維中に浸透して繊維の少なくとも一部の表面でカチオン性金属コロイド複合体の沈殿をひき起こす。この塗膜と会合したカウンターイオンは加えた金属塩と反応してコロイド状粒子を生成するため、沈殿はカチオン性塗膜の近辺に金属コロイドをきちんと折出する。生物学的に活性な金属塩溶液に十分にさらされた後、繊維は洗浄され、過剰の水が除去される。硝酸銀が金属塩溶液として使用される場合、沈殿した銀の存在は日本の島津グループ会社であるクレイトス アナリティカル社から入手できるKratos EDX-700/800 X線蛍光分光計を使用して確認することができる。

40

【0045】

粒子、繊維、ホイスカーまたは粉末形態の1種以上の添加剤を微生物学的遮断が強化された濾過助剤と混合することにより、他の汚染物を吸着し、あるいは微生物または他の汚染物の遮断に関与することもできる。有用な添加剤には金属粒子、活性アルミナ、活性炭、シリカ、ポリマー粉末および繊維、ガラスビーズまたは繊維、セルロース繊維、イオン交換樹脂、工業用樹脂、セラミックス、ゼオライト、珪藻土、活性ボーキサイト、フラース、硫酸カルシウム、超吸着性ポリマー(SAP)のような他の吸着性物質、あるいはこれらの組合せがあるが、これらに限定されない。添加剤はまた、特定の用途に応じて微生物

50

学的遮断機能を付与するために化学的に処理することができる。このような添加剤は好ましくは濾過用途で使用された時に得られるプレコート組成物および/または濾過ケーキ中の流量が実質的に阻害されないように十分な量で存在する。添加剤の量は濾過システムの特定の使用に依存する。

【0046】

微生物学的遮断が強化された濾過助剤をプレコート組成物の約0.5重量%～約50重量%の少ない量でバルク濾過助剤と混合してバルク濾過助剤の性能を向上させることができる。

【0047】

本発明のプレコート組成物において微生物学的遮断が強化された濾過助剤を使用する方法 10

流体中で微生物学的遮断が強化された濾過助剤を含有する分散液をセプタムまたはフィルタースクリーンのような支持材を通過させ、一般に約0.5～約3ミリメートルの厚さを有するプレコートを支持材上に形成させる。支持材は濾過する流体の流速が大規模の製造工程で処理できない程に遅くならないような大きさおよび面積である。濾過する流体を濾過ケーキに通過させ、粒子状の微生物学的汚染物を濾過ケーキに捕捉する。微生物学的遮断が強化された濾過助剤を含有するポディーフィード組成物は濾過ケーキを通して濾過する前の流体と混合することができる。ポディーフィード組成物の添加は濾過ケーキの透過性を高め、濾過ケーキ上に捕捉した汚染物の不浸透性膜形成を防止する。濾過が終了すると、濾過ケーキはバックフラッシュされ、支持材からはがれ落ちる。使用済み濾過ケーキはケーキまたはスラリーとして捨てられる。 20

【0048】

微生物学的遮断が強化された濾過助剤からなるプレコート組成物はウイルスを含む微生物学的汚染物について少なくとも約3の対数減少をもたらし、それにより単一工程の冷滅菌法が得られる。このような総合的な遮断が不必要である場合、所望レベルの遮断を達成すべく微生物学的遮断が強化された濾過助剤をプレコート組成物の約0.5重量%～約50重量%の量で非帯電バルク濾過助剤と混合することができる。

【0049】

〔実施例〕

次の実施例により本発明を詳しく説明するが、これらは本発明の範囲を制限するものではない。 30

【0050】

アメリカンタイプカルチャーコレクション(ATCC)No.11775の大腸菌の懸濁液を使用してバクテリアチャレンジを行なって濾過助剤のバクテリアチャレンジに対する反応を評価した。バクテリアを増殖するためにATCCの標準操作手順を使用し、バクテリア懸濁液でチャレンジした濾過助剤の流入液および流出液中のバクテリアを調製および定量するために当該技術分野でよく知られているような標準微生物学的手順を使用した。

【0051】

次の実施例で使用したプレコート表面は47ミリメートルの直径を有し、ペンシルベニア州ピッツバーグのフィッシャーサイエンティフィック社から入手できるOsmonics/MSI GRAVI-SEAL(登録商標)分析ロート上に形成された。分析ロートの内側をテネシー州オールドヒッコリーのBBAノンオープンスリーメイ社からREEMAY(登録商標)2004の商品名で入手できるスパンボンドポリエステルで被覆した。 40

【実施例1】

【0052】

未処理セルロースによる大腸菌の遮断(比較用)

インターナショナルファイバー社から入手できる、約0.63gの乾燥重量を有するアルファ-Cel BH-40セルロースパルプを使用して分析ロートのプレコートを形成した。蠕動ポンプを使用してRO/DI水にプレコートを通過させて31ml/分の流量とした。1.06×10⁵の大腸菌を含有するバクテリア懸濁液でプレコートをチャレンジした。未処理セルロースパ 50

ルブを含有するプレコートの対数減少値は約 1 未満であった。

【実施例 2】

【0053】

5%の未処理リヨセルナノ繊維と混合した未処理セルロースにおける大腸菌の遮断（比較用）

350mlのRO/DI水中で乾燥重量0.03gの未処理フィブリル化リヨセル繊維と混合した乾燥重量0.60gのBH-40セルロースパルプを使用してプレコートを形成した。蠕動ポンプを使用してRO/DI水に約80ml/分の流量でプレコートを通させた。 1.06×10^5 の大腸菌を含有するバクテリア懸濁液でプレコートをチャレンジした。プレコートの対数減少値は約1未満であった。

10

【実施例 3】

【0054】

カチオン性物質で処理されたりヨセル繊維からなる5%の濾過助剤と混合した未処理セルロースによる大腸菌の遮断（比較用）

45のカナダ標準フリーネスを有し、乾燥重量が約11.4g（湿潤重量120.0g）のフィブリル化リヨセルナノ繊維を1.0LのRO/DI水中で30%水溶液としての3.0mlのMERQUAT(登録商標)100および0.27gの臭化ナトリウムと一緒に一晩分散させた。得られる帯電した繊維を100メッシュの成形ワイヤーを取付けた8インチの標準ブリットフィルターに注ぎ込み、過剰の水を真空下で除去してパルプシートを成形した。パルプシートを500mlのRO/DI水で洗浄した。

20

【0055】

乾燥重量0.03gの帯電したフィブリル化リヨセル繊維と混合した乾燥重量0.60gのBH-40セルロースパルプを使用してプレコートを形成した。蠕動ポンプを使用してRO/DI水に約28ml/分の流量でプレコートを通させた。 1.06×10^5 の大腸菌を含有するバクテリア懸濁液でプレコートをチャレンジした。プレコートの対数減少値は約2.10であった。

【実施例 4】

【0056】

5%の微生物学的遮断が強化された濾過助剤と混合した未処理セルロースによる大腸菌の遮断

45のカナダ標準フリーネスを有し、乾燥重量が約11.4g（湿潤重量120.0g）のフィブリル化リヨセルナノ繊維を1.0LのRO/DI水中で30%水溶液としての3.0mlのMERQUAT(登録商標)100および0.27gの臭化ナトリウムと一緒に一晩分散させた。得られる帯電した繊維を100メッシュの成形ワイヤーを取付けた8インチの標準ブリットジャーに注ぎ込み、過剰の水を真空下で除去してパルプシートを成形した。パルプシートを500mlのRO/DI水で洗浄した。60mlのRO/DI水を加えて3.0mlのストック溶液（1.8gの AgNO_3 、60mlのRO/DI水中）を希釈した希硝酸銀溶液をパルプシート全体に均一に注いで完全に暴露し、飽和させた。硝酸銀溶液をパルプシート上で少なくとも約15分間放置し、過剰の水を減圧下で除去して本発明の微生物学的遮断が強化された濾過助剤を得た。

30

【0057】

乾燥重量0.03gの微生物学的遮断が強化された濾過助剤と混合した乾燥重量0.60gの未処理BH-40セルロースパルプを使用してプレコートを形成した。蠕動ポンプを使用してRO/DI水に約31ml/分の流量でプレコートを通させた。 1.06×10^5 の大腸菌を含有するバクテリア懸濁液でプレコートをチャレンジした。プレコートの対数減少値は約5.02であり、大腸菌の完全除去を示した。

40

【実施例 5】

【0058】

微生物学的遮断が強化された濾過助剤による大腸菌の遮断

蠕動ポンプを使用してRO/DI水に約28ml/分の流量で実施例4に記載のような乾燥重量0.63gの微生物学的遮断が強化された濾過助剤からなるプレコートを通させた。 1.0×10^4 の大腸菌を含有するバクテリア懸濁液でプレコートをチャレンジした。微生物学的遮断

50

が強化された濾過助剤の対数減少値は4.00であり、大腸菌の完全除去を示した。

【0059】

実施例1～5の結果を下記の表Iに示す。

【0060】

【表1】

表I 実施例1～5における大腸菌の対数減少値

実施例番号	MIEFAの重量	大腸菌チャレンジ	CFUの個数	LRV
1	0	1.06×10^5	2.00×10^4	< 1
2	0	1.06×10^5	3.20×10^4	< 1
3	0	1.06×10^5	8.33×10^2	2.10
4	5%	1.06×10^5	0	5.02
5	100%	1.0×10^4	0	4.00

MIEFA = 本発明の微生物学的遮断が強化された濾過助剤

CFU = コロニー形成単位/プレート

10

【0061】

実施例4で証明されたように、本発明の微生物学的遮断が強化された濾過助剤を少量加えただけで大腸菌減少に対して有意な微生物学的遮断機能をプレコート組成物に付与することがわかった。微生物学的遮断が強化された濾過助剤だけからなる実施例5のプレコート組成物は優れたバクテリア遮断を示した。

20

【0062】

本発明を特定の好ましい態様に関連して詳しく説明したが、前記説明に照らして多くの代替、変更および変形が当業者にとって自明であることは明らかである。したがって、添付した特許請求の範囲は本発明の範囲および精神の範囲に入るような代替、変更および変形を包含すると考えられる。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US03/00066
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC(7) : B01D 1/00 US CL : 210/500.1,777,262,767,508,509,502.1,663; 424/78.09; 424/406; 428/402 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) U.S. : 210/500.1,777,262,767,508,509,502.1,663;424/78.09; 424/406; 428/402 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 practicable, search terms used) Please See Continuation Sheet		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 6,126,931 A (SAWAN et al) 03 October 2000, entire disclosure.	1-21
A	US 4,238,334 A (HALBFOSTER) 09 December 1980, columns 1-2, and column 3, lines 1-29.	1-21
A	US 4,734,208 A (PALL et al) 29 March 1988, abstract.	1-21
A	US 4,927,796 A (D' ANGELO et al) 22 May 1990, columns 1-5.	1-21
A	US 5,459,080 A (ADAMCZYK et al) 17 October 1995, column 14, last paragraph, and column 24, lines 28-39.	8 and 16
A	US 4,313,832 A (SHIMIZU et al) 02 February 1982, column 4, lines 1-41.	1-21
<input 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 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 13 May 2003 (13.05.2003)		Date of mailing of the international search report 30 JUL 2003
Name and mailing address of the ISA/US Mall Stop PCT, Attn: ISA/US Commissioner for Patents P.O. Box 1450 Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. (703)305-3230		Authorized officer Ana Fortuna Telephone No. (703)308-0661 <i>Jean-Francois S. Fortuna</i>

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/US03/00066

Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of Item 1 of first sheet)

This international report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. Claim Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
2. Claim Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:
3. Claim Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of Item 2 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.
 No protest accompanied the payment of additional search fees.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/US03/00066

Continuation of B. FIELDS SEARCHED Item 3:

WEST

filter aid, cationic, metal or metal salt, fibers, SURFACINE (R), BIOSHIELD (R), MERQUAT(R) 100, ACTIVATED CARBON, ETC.

フロントページの続き

(51) Int.Cl. ⁷	F I	テーマコード(参考)
	C 0 2 F 1/50	5 3 1 D
	C 0 2 F 1/50	5 3 1 E
	C 0 2 F 1/50	5 3 1 F
	C 0 2 F 1/50	5 4 0 F
	C 0 2 F 1/50	5 6 0 Z

(81) 指定国 AP(GH, GM, KE, LS, MW, MZ, 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, IT, LU, MC, NL, PT, 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, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, M X, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

(72) 発明者 エヴァン・イー・コズロウ

アメリカ合衆国コネティカット州 0 6 8 8 3 . ウェストン . トウェルヴオクロックロード 1 4

F ターム(参考) 4D066 BA01 BB01 CA02 CA05 CA06 CA12 CA16 CB13 CB20 FA02
4G066 AA02D AA20B AA30B AA70B AB12D AB13D AB18D AB21D AC11B AC23B
AE14D BA38 DA07 EA11