

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 1 区分

【発行日】令和 2 年 2 月 27 日 (2020.2.27)

【公表番号】特表 2019-536720 (P2019-536720A)

【公表日】令和 1 年 12 月 19 日 (2019.12.19)

【年通号数】公開・登録公報 2019-051

【出願番号】特願 2019-516706 (P2019-516706)

【国際特許分類】

C 0 1 G 25/00 (2006.01)

C 0 1 G 25/02 (2006.01)

B 0 1 J 21/06 (2006.01)

B 0 1 J 27/053 (2006.01)

【 F I 】

C 0 1 G 25/00

C 0 1 G 25/02

B 0 1 J 21/06 M

B 0 1 J 27/053 M

【手続補正書】

【提出日】令和 2 年 1 月 14 日 (2020.1.14)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ケイ素、硫酸塩、リン酸塩、タングステン、ニオブ、アルミニウム、モリブデン、チタン、又はスズを 1 種以上含むドーパントを、酸化物基準で最大 30 重量 % まで含有し、かつ酸点を有するジルコニウム水酸化物又はジルコニウム酸化物。

【請求項 2】

前記酸点の大部分がルイス酸点である、請求項 1 に記載のジルコニウム水酸化物又はジルコニウム酸化物。

【請求項 3】

ブレンステッド酸点よりも多いルイス酸点を有する、請求項 1 又は 2 に記載のジルコニウム水酸化物又はジルコニウム酸化物。

【請求項 4】

ケイ素、硫酸塩、リン酸塩、タングステン、ニオブ、アルミニウム、モリブデン、チタン、又はスズを 1 種以上含むドーパントを、酸化物基準で 0.1 重量 % 未満含有し、

前記ジルコニウム水酸化物は多孔質であり、かつ、最大 155 nm の細孔直径を有する細孔に関して、B J H 法を用いて測定した場合、細孔容積の少なくとも 70 % は、3.5 ~ 155 nm の細孔直径を有する前記空孔によって提供される、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載のジルコニウム水酸化物。

【請求項 5】

最大 155 nm の細孔直径を有する細孔に関して、B J H 法を用いて測定した場合、細孔容積の少なくとも 75 % は、3.5 ~ 155 nm の細孔直径を有する空孔によって提供される、請求項 4 に記載のジルコニウム水酸化物。

【請求項 6】

ケイ素、硫酸塩、リン酸塩、タングステン、ニオブ、アルミニウム、モリブデン、チタ

ン又はスズを1種以上含むドーパントを、酸化物基準で0.1重量%未満含有し、空気雰囲気中450で2時間焼成した後、XRDにより測定した場合、少なくとも80重量%の単斜晶相を有する、請求項1～3のいずれか1項に記載のジルコニウム酸化物。

【請求項7】

ケイ素、硫酸塩、リン酸塩、タングステン、ニオブ、アルミニウム、モリブデン、チタン又はスズを1種以上含むドーパントを、酸化物基準で0.1重量%未満含有し、空気雰囲気中900で2時間焼成した後、少なくとも $15\text{ m}^2/\text{g}$ の表面積を有する、請求項1～3のいずれか1項に記載のジルコニウム酸化物。

【請求項8】

空気雰囲気中900で2時間焼成後、 $\text{N}_2$ 物理吸着により測定した場合、少なくとも $0.10\text{ cm}^3/\text{g}$ の全細孔容積を有する、請求項7に記載のジルコニウム酸化物。

【請求項9】

ケイ素、硫酸塩、リン酸塩、タングステン、ニオブ、アルミニウム、モリブデン、チタン又はスズを1種以上含むドーパントを、酸化物基準で0.1重量%未満含有し、600で2時間焼成した後、TPDにより測定した場合、400～600で少なくとも $14\text{ }\mu\text{mol}/\text{g}$ の $\text{CO}_2$ 取り込みを有する、請求項1～3のいずれか1項に記載のジルコニウム酸化物。

【請求項10】

少なくとも $375\text{ m}^2/\text{g}$ の表面積を有する、酸化物基準で0.1～30重量%の硫酸塩を含む、請求項1～3のいずれか1項に記載のドーブされたジルコニウム水酸化物。

【請求項11】

$\text{N}_2$ 物理吸着法により測定した場合、少なくとも $0.50\text{ cm}^3/\text{g}$ の全細孔容積を有する、請求項10に記載のドーブされたジルコニウム水酸化物。

【請求項12】

空気雰囲気中600で2時間焼成後、酸化物基準で0.1～30重量%の硫酸塩を含有し、PDにより測定した場合、少なくとも $800\text{ }\mu\text{mol}/\text{g}$ の $\text{NH}_3$ 取り込みを有する、請求項1～3のいずれか1項に記載のドーブされたジルコニウム酸化物。

【請求項13】

酸化物基準で1～12重量%の硫酸塩を含有する、請求項10～12のいずれか一項に記載のドーブされたジルコニウム水酸化物又はドーブされたジルコニウム酸化物。

【請求項14】

少なくとも $400\text{ m}^2/\text{g}$ の表面積を有する、酸化物基準で0.1～30重量%のタングステン水酸化物又は酸化物を含有する、請求項1～3のいずれか1項に記載のドーブされたジルコニウム水酸化物。

【請求項15】

$\text{N}_2$ 物理吸着法により測定した場合、少なくとも $0.7\text{ cm}^3/\text{g}$ の全細孔容積を有する、請求項14に記載のドーブされたジルコニウム水酸化物。

【請求項16】

酸化物基準で12～20重量%のタングステン水酸化物又は酸化物を含有する、請求項14又は請求項15のいずれかに記載のドーブされたジルコニウム水酸化物。

【請求項17】

酸化物基準で0.1～30重量%のタングステン水酸化物又は酸化物を含有し、空気雰囲気中700で2時間の焼成後、TPDにより測定した場合、少なくとも $420\text{ }\mu\text{mol}/\text{g}$ の $\text{NH}_3$ 取り込みを有する、請求項1～3のいずれか1項に記載のドーブジルコニウム酸化物。

【請求項18】

酸化物基準で0.1～30重量%のケイ素水酸化物又は酸化物を含有し、請求項1～3のいずれか1項に記載のドーブジルコニウム酸化物であって、

前記ジルコニウム酸化物は、空気雰囲気中850で2時間の焼成後、TPDにより測定した場合、少なくとも $330\text{ }\mu\text{mol}/\text{g}$ の $\text{NH}_3$ 取り込みを有する、請求項1～3の

いずれか 1 項に記載のドーブされたジルコニウム酸化物。

【請求項 19】

酸化物基準で 1 ~ 10 重量 % のケイ素水酸化物又はケイ素酸化物を含む、請求項 18 に記載のドーブジルコニウム酸化物。

【請求項 20】

ジルコニウム水酸化物又はジルコニウム酸化物の合計ジルコニウム量は、酸化物基準で少なくとも 50 重量 % となるように、希土類水酸化物若しくは酸化物、イットリウム水酸化物若しくは酸化物、又は他の遷移金属水酸化物若しくは酸化物から選択される 1 種以上の追加のドーパントを含む、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載のドーブジルコニウム水酸化物又は酸化物。

【請求項 21】

ジルコニウム水酸化物を調製する方法であって、

- (a) 水性酸中にジルコニウム塩を溶解するステップと、
  - (b) 得られた溶液又はゾルに 1 種以上の錯化剤を添加するステップと、
- 前記 1 種以上の錯化剤は、以下の官能基の少なくとも 1 種を含む有機化合物：アミン、有機硫酸塩、スルホン酸塩、ヒドロキシル、エーテル又はカルボン酸基である、
- (c) ステップ (b) で形成された前記溶液又は前記ゾルを加熱するステップと、
  - (d) 硫酸化剤を添加するステップと、
  - (e) 塩基を添加して、ジルコニウム水酸化物を形成するステップと、
  - (f) 随意にドーパントを添加するステップと、を有する方法。

【請求項 22】

前記ジルコニウム塩は、塩基性炭酸ジルコニウム又はジルコニウム水酸化物である、請求項 21 に記載の方法。

【請求項 23】

前記水性酸は、塩酸、硫酸、硝酸又は酢酸である請求項 21 又は 22 に記載の方法。

【請求項 24】

前記水性酸は、硝酸である、請求項 23 に記載の方法。

【請求項 25】

錯化剤は、アルファヒドロキシカルボン酸である、請求項 21 ~ 24 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 26】

前記アルファヒドロキシカルボン酸は、マンデル酸である、請求項 25 に記載の方法。

【請求項 27】

前記ステップ (c) において、前記溶液又は前記ゾルを 60 ~ 100 の温度に加熱する、請求項 21 ~ 26 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 28】

前記硫酸化剤は、硫酸である、請求項 21 ~ 27 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 29】

前記ステップ (e) において、前記溶液又は前記ゾルの pH を、 $pH > 8$  に上昇させる、請求項 21 ~ 28 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 30】

前記ドーパントが、ケイ素、硫酸塩、リン酸塩、タンゲステン、ニオブ、アルミニウム、モリブデン、チタン又はスズを 1 種以上含む、請求項 21 ~ 29 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 31】

前記ステップ (e) の後に、ドーパントを添加するステップ (f) を含む、請求項 30 に記載の方法。

【請求項 32】

請求項 1 ~ 20 のいずれか一項に記載のジルコニウム水酸化物又はジルコニウム酸化物を含む、触媒、触媒担体又は前駆体、バインダー、機能性バインダー、コーティング又は

吸着剤。