

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6364125号
(P6364125)

(45) 発行日 平成30年7月25日(2018.7.25)

(24) 登録日 平成30年7月6日(2018.7.6)

(51) Int.Cl.

F I

B O 1 D 39/14 (2006.01)

B O 1 D 39/14 A

B O 1 J 37/08 (2006.01)

B O 1 J 37/08

B O 1 J 37/02 (2006.01)

B O 1 J 37/02 1 O 1 A

B O 1 J 23/648 (2006.01)

B O 1 J 23/648 A

B O 1 J 23/22 (2006.01)

B O 1 J 23/22 A

請求項の数 16 (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2017-519929 (P2017-519929)
 (86) (22) 出願日 平成27年6月25日(2015.6.25)
 (65) 公表番号 特表2017-536228 (P2017-536228A)
 (43) 公表日 平成29年12月7日(2017.12.7)
 (86) 国際出願番号 PCT/EP2015/064416
 (87) 国際公開番号 W02016/058713
 (87) 国際公開日 平成28年4月21日(2016.4.21)
 審査請求日 平成29年4月21日(2017.4.21)
 (31) 優先権主張番号 PA201400587
 (32) 優先日 平成26年10月14日(2014.10.14)
 (33) 優先権主張国 デンマーク(DK)

早期審査対象出願

(73) 特許権者 590000282
 ハルドール・トブサー・アクチエゼルスカ
 ベット
 デンマーク国、2800 コンゲンス・リ
 ユンビュー、ハルドール・トブサーズ・ア
 レー、1
 (74) 代理人 100069556
 弁理士 江崎 光史
 (74) 代理人 100111486
 弁理士 鍛冶澤 實
 (74) 代理人 100139527
 弁理士 上西 克礼
 (74) 代理人 100164781
 弁理士 虎山 一郎

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 触媒ファブリックフィルターの製造方法及び触媒ファブリックフィルター

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

触媒ファブリックフィルターを製造する方法であって、該方法は、次の工程；

- a) ファブリックフィルター基材を提供する工程；
 b) 酸化物金属担体のナノ粒子上に分散させた一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物の水性ヒドロゾル、一種又は二種以上の第一アミンを含む分散剤、及び界面活性剤を含む、水性の含浸液を提供する工程；
 c) 該ファブリックフィルター基材を、該含浸液で含浸する工程；
 d) 該含浸させたファブリックフィルター基材を、300 未満の温度で乾燥及び熱活性化させて、該触媒前駆体の一種又は二種以上の金属化合物をそれらの触媒的に活性な形態に変換させる工程、を含む、上記の方法。

【請求項 2】

前記含浸させたファブリックの基材の熱活性化が、該含浸させたファブリックの基材をろ過ユニットに組み込む前に、又はそれに続いて行われる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記ファブリックフィルター基材が、ポリマー材料で被覆されたガラス繊維の織布又は不織布からなる、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記ポリマー材料が、ポリテトラフルオロエチレンからなる、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

前記一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物が、メタバナジン酸アンモニウム、メタタングステン酸アンモニウム、ヘプタモリブデン酸アンモニウム、硝酸パラジウム、炭酸水素テトラアンミン白金 (I I) 又はそれらの混合物を含む、請求項 1 ~ 4 のいずれか一つに記載の方法。

【請求項 6】

前記一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物の触媒的に活性な形態が、一種又は二種以上の酸化バナジウム、酸化タングステン、酸化モリブデン、酸化物及び / 又は金属の形態のパラジウム及び白金を含む、請求項 1 ~ 5 のいずれか一つに記載の方法。

【請求項 7】

前記一種又は二つ以上の触媒金属前駆体化合物の触媒的に活性な形態が、五酸化バナジウム及び金属及び / 又は酸化物の形態のパラジウムからなる、請求項 6 に記載の方法。

【請求項 8】

前記酸化物の金属担体が、チタン、アルミニウム、セリウム、ジルコニウムの酸化物、又はそれらの混合物及び化合物を含む、請求項 1 ~ 7 のいずれか一つに記載の方法。

【請求項 9】

前記酸化物の金属担体が、10 ~ 150 nm の粒度を有する酸化チタンのナノ粒子からなる、請求項 8 に記載の方法。

【請求項 10】

前記分散剤が、モノメチルアミン、モノエチルアミン、モノプロピルアミン、及びモノブチルアミンからなる群の一種又は二種以上から選択される第一アミンを含む、請求項 1 ~ 9 のいずれか一つに記載の方法。

【請求項 11】

前記分散剤がモノエチルアミンからなる、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

工程 b) において、前記含浸液が、7 よりも高い pH を有する、請求項 1 ~ 11 のいずれか一つに記載の方法。

【請求項 13】

前記触媒ファブリックフィルターが、5 ~ 8 重量 % の触媒活性材料を含む、請求項 1 ~ 12 のいずれか一つに記載の方法。

【請求項 14】

前記水性の含浸液が、次の工程、

i) 前記一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物及び前記酸化物金属担体を水に添加し、そして、前記一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物の表面電荷が負であり、かつ、前記酸化物金属担体のゼータ電位が正である該水の pH を維持するように該水に連続的に酸を添加する工程；

i i) 前記酸化物金属担体の表面上に前記一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物を吸着させる工程；

i i i) 前記製造された含浸液の 7 を超える pH 値が得られるような量でその製造された液に前記分散剤を添加する工程；及び引き続いて、

i v) 前記含浸液にパラジウム及び / 又は白金が存在する場合に、工程 (i i i) で製造された含浸液にパラジウム及び / 又は白金の塩を含む溶液を添加する工程、
によって製造される、請求項 1 ~ 13 のいずれか一つに記載の方法。

【請求項 15】

工程 (i) 及び工程 (i i) における pH が 4 . 0 ~ 4 . 3 に維持される、請求項 14 に記載の方法。

【請求項 16】

前記一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物が、メタバナジウム酸アンモニウム及び硝酸パラジウムである、請求項 1 ~ 15 のいずれか一つに記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、触媒ファブリックフィルターの製造方法及びこの方法を用いて製造された触媒ファブリックフィルターに関する。

【背景技術】

【0002】

ファブリックフィルターは、典型的に、産業プロセス及び燃焼プロセスから出てくる煙道ガス由来の粒状物質の除去に採用される。

【0003】

これらのフィルターは、微細な粒状物質を捕捉するために多孔質のろ過媒体を、該媒体を通過するガスにおける高い圧力の望ましくない低下を招くことなく提供するいずれかの繊維材料の織布又は不織布で製造される。

10

【0004】

しばしば、排ガス及び煙道ガスは、環境又は健康に危険を引き起こすガス状の化合物を追加的に含む。

【0005】

それ故、排ガス及び煙道ガス中の粒状物質及び危険な化合物両方の含有物を低減又は除去することが望ましいとされている。

【0006】

この目的のために、産業用途及び自動車用途における浄化システムに、危険な化合物を、より害の低いか又は無害な化合物への変換に活性な触媒で触媒フィルター媒体が採用されている。

20

【0007】

例えば、フィルターバッグの形態のファブリックフィルターは、プロセスガス由来の粒状物質の除去に多くの産業で広範囲にわたって使用されている。それらは、粉じんの収集に利用できる最も効率的なタイプの一つであり、そして、粒状物について99%超の収集効率が達成できる。フィルターは、天然繊維、合成繊維、又は、ガラス繊維、セラミック繊維又は金属繊維のようなその他の繊維を含む、様々な織布材料、不織布材料又はフェルト材料又はそれらの混合物から製造することができる。

【0008】

30

ファブリックフィルターの粒状物の高い除去率は、フィルターバッグの表面上に形成された粉じんケーキに部分的に起因し、かつ、そのフィルターバッグの組成及び製造品質並びにファブリックフィルターの構造自体の品質に部分的に起因する。ファブリックは、粉じん粒状物がその上で収集される表面を提供する。フィルターを構成する繊維の組成に起因して、これらは、典型的に、280℃以下の温度で運転され、これは、ファブリックの材料上へ触媒を適用するための方法に対していくつかの要求及び制限を課す。

【0009】

ファブリック材料のような触媒化された材料の製造では、環境及び健康の理由から、水性の含浸液が好ましい。

【0010】

40

この目的のために、ファブリックフィルターの製造に使用される繊維の多くは撥水性材料からなり、これは、水性の含浸液による含浸法が採用される場合に繊維上への触媒材料の適用にさらなる要求を追加する。

【0011】

触媒ファブリックフィルターを製造する場合、ファブリックフィルター基材の厚さ全体にわたって最適な触媒効率を提供し、かつ、フィルター基材上に被覆された触媒材料の量によって過剰な圧力降下の形成を防止するような量で触媒材料を分散させることが重要である。運転の間に高い圧力降下を招く以外に、フィルター基材上の触媒材料の厚い層もまた、捕捉された粒状物質を除去することによってフィルターを再生する間に、結果的に次の運転サイクルの間の触媒効率の低下をもたらす触媒材料の剥離の危険性という問題を有

50

する。

【0012】

したがって、ファブリックフィルターの運転及び再生の間の過剰な圧力降下及び触媒の剥離を防ぐのに十分薄い層で、ファブリックフィルターの壁の内部及び／又はフィルター表面の上のファブリック繊維上に触媒材料を適用する必要がある。

【0013】

効果的な担持された触媒が、触媒担持粒子の表面上の単層として触媒活性材料を覆うことが必要であることは、触媒の技術分野において通常許容されている。それによって、ファブリック基材上に担持された触媒の要求される量を制限することが可能である。

【0014】

さらに、触媒担持粒子は、含浸液の製造及び貯蔵の間に、大きな凝集体を形成しないことが要求される。

【0015】

上述したように、ファブリックフィルターの製造に使用される多数の繊維材料は撥水性であるため、典型的には、例えば、触媒セラミック表面上に採用される水性の含浸液は、該繊維の表面の上に均質に容易に分散して薄くて連続した触媒層を形成することができないか又は制限されている。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0016】

それ故、本発明の一般的な目的は、上述の要求に適合する触媒活性材料を含む水性の含浸液で繊維材料を含浸することによって、触媒ファブリックフィルターを製造するための方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0017】

本発明者等は、酸化物金属担体ヒドロゾルのナノ粒子上に分散させた一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物、界面活性剤、及び第一アミンの群から選択される分散剤を含む、水性の含浸液を採用することによってこれらの要求を満たすことができることを見出した。

【0018】

本明細書で使用される“ナノ粒子”という語は、寸法が1000ナノメートルまでの粒子であると理解される。ナノ粒子は、その輸送及び特性に関して全体的な単位として挙動する小型の対象物であると定義される。

【0019】

上記の知見に従って、本発明は、次の工程を含む触媒ファブリックフィルターの製造方法を提供する。

- a) ファブリックフィルター基材を提供する工程；
- b) 酸化物金属担体のナノ粒子上に分散させた一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物の水性ヒドロゾル、一種又は二種以上の第一アミンを含む分散剤、及び界面活性剤を含む、水性の含浸液を提供する工程；
- c) 該ファブリックフィルター基材を、該含浸液で含浸する工程；及び
- d) 該含浸させたファブリックフィルター基材を、300 未満の温度で乾燥及び熱活性化させて、該触媒前駆体の一種又は二種以上の金属化合物をそれらの触媒的に活性な形態に変換させる工程。

【発明を実施するための形態】

【0020】

本発明の好ましい実施形態を以下に開示し、説明する。これらの実施形態は、単独又は組み合わせて採用することができる。

【0021】

含浸させたファブリックフィルター基材の熱的な活性化は、ろ過ユニットに触媒化させ

10

20

30

40

50

たファブリックフィルター基材を組み込み前か又はその後に行うことができる。

【0022】

好ましくは、その熱活性化温度は250～280 である。

【0023】

多数のファブリックフィルター基材は、低い熱安定性を有する一方で、その他の材料は触媒材料を不活性化することが見出されている。

【0024】

そのため、好ましいファブリックフィルター基材は、ポリマー材料、特に、ポリテトラフルオロエチレンで被覆されたガラス繊維の織布又は不織布からなる。この基材は、280 までの温度に耐えることができる。

10

【0025】

粒子を含有する排ガス又は煙道ガスは、窒素酸化物(NO_x)、揮発性の有機化合物(VOC)、 SO_2 、 CO 、 Hg 、 NH_3 、ダイオキシン及びフランを、現地の基準に応じて低減しなければならない濃度で含んでいることが非常に多い。 NO_x 、 VOC 、ダイオキシン及びフランのようなガス状汚染物質の削減は、触媒と接触させることによって効率的に行うことができる。

【0026】

本発明の好ましい実施形態において、一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物は、メタバナジウム酸アンモニウム、メタタングステン酸アンモニウム、ヘプタモリブデン酸アンモニウム四水和物、硝酸パラジウム、テトラアンミン白金(II)炭酸水素塩又はそれらの混合物を含み、そして、該触媒金属前駆体化合物の触媒的に活性な形態は、一種又は二種以上のバナジウム酸化物、タングステン酸化物、モリブデン酸化物、酸化物及び/又は金属形態のパラジウム及び白金を含む。

20

【0027】

特に、チタニア又はアルミナ上に担持されたバナジウム酸化物ベースの触媒は、 NH_3 による NO_x の選択的還元によって NO_x の還元に定置用途及び自動車用途において通常使用されている触媒である。効率的な酸化触媒は、酸化物及び/又は金属形態のパラジウム又は白金である。

【0028】

それ故、一種又は二種以上の触媒前駆体金属化合物が、メタバナジウム酸アンモニウム及び硝酸パラジウムからなり、かつ、その触媒金属前駆体化合物の触媒活性形態が、五酸化バナジウム及びパラジウムかなることがさらに好ましい。

30

【0029】

これらの触媒は、炭化水素(VOC)及び一酸化炭素の除去、及び NH_3 での SCR 反応による NO_x の除去の両方において活性である。酸化物金属担体は、チタン、アルミニウム、セリウム、ジルコニウムの酸化物又はそれらの混合物及びそれらの化合物を好ましく含む。

【0030】

酸化物金属担体が、10～150 nmの粒度を有するチタン酸化物のナノ粒子からなることがさらに好ましい。

40

【0031】

チタニア(TiO_2)に担持されたパラジウム及び五酸化バナジウムからなる触媒は、次の理由から好ましい。 $\text{Pd}/\text{V}_2\text{O}_5/\text{TiO}_2$ 触媒は、i)二重機能(NO_x の除去及び VOC (揮発性有機化合物)の除去；ii) S -許容誤差；及びiii)他の触媒組成物に比較してより低い SO_2 酸化活性、を有する。

【0032】

以下でより詳細に説明するような含浸液の製造において、含浸溶液中の酸化物金属担体ヒドロゾルの一部は貯蔵中にゲル化し、凝集物は好ましいサイズより大きな粒子サイズになる。第一アミン分散剤は凝集を防ぐか、又は既に形成された凝集体を崩壊させる。

【0033】

50

該第一アミンは、上述した目的をもたす量で添加された場合に、水性の含浸液に好ましく溶解する。7個よりも少ない炭素原子を有する第一アミンは水溶性であり、本発明の使用に好ましい第一アミンは、モノメチルアミン、モノエチルアミン、モノプロピルアミン、モノブチルアミン又はそれらの混合物である。就中、最も好ましい分散剤は、モノエチルアミンである。

【0034】

含浸液のpHが7超になるような量で第一アミン分散剤が含浸液に添加される場合に良好な結果が得られる。

【0035】

本発明の上記の実施形態の全てにおいて、製造された触媒ファブリックフィルターが、約5～約8重量%の触媒活性材料を含むことがさらに好ましい。

10

【0036】

前記で既に説明したように、効率的な触媒は、酸化物金属担体上の触媒活性材料が単層で覆われていることが必要である。担体上の過剰な結晶性触媒活性材料の形成は避けるべきである。これは、しばしば熱分散、例えば、 TiO_2 担体粒子にシュウ酸バナジウム溶液を含浸させた後、420℃に加熱することによって得られる。しかしながら、このアプローチは、温度の制限、T 300℃によって、ファブリックフィルターには不安定である。

【0037】

低温での熱活性化後の触媒活性材料の高度の分散は、いわゆる平衡析出過程(EDF)法を第一アミン分散剤と組み合わせて用いる場合に可能である。この方法においては、反対に荷電した金属化合物間の引力の静電力が、微細に分散された形態の逆の電荷の金属化合物の表面上の一つの金属化合物を結合させるのに利用される。

20

【0038】

例えば、 TiO_2 及び $V_xO_y^{z-}$ は、pH間隔4～6で反対の表面電荷を有する。それ故、引力の静電力により、 TiO_2 上への $V_xO_y^{z-}$ の堆積が促進される。

【0039】

$V_xO_y^{z-}$ の制限された溶解性は、ルシャトリエの原理によって回避される。 $V_xO_y^{z-}$ が $Ti-OH_2^+$ サイトに結合すると、新たな $V_xO_y^{z-}$ イオンが可溶化される。この連続プロセスは、室温で起こり、そして、攪拌及びpHの調節だけを必要とする。

30

【0040】

そのため、本発明のさらに好ましい実施形態においては、含浸液は、次の工程、
 i) 一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物及び酸化物金属担体を水に添加し、そしてその液体に、該液体のpHが、前記一種又は二種以上の触媒前駆体金属化合物の表面電荷が負であり、かつ、前記酸化物金属担体のゼータ電位が正である値を維持するように連続的に酸を添加する工程；
 ii) 前記酸化物金属担体の表面上に前記一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物を吸着させる工程；
 iii) 前記製造された含浸液の7を超えるpH値が得られるような量でその製造された液に前記分散剤を添加する工程；及び引き続いて、
 iv) 前記含浸液にパラジウム及び/又は白金が存在する場合に、工程(iii)で製造された含浸液にパラジウム及び/又は白金の塩を含む溶液を添加する工程、
 によって製造される。

40

【0041】

好ましくは、工程(i)及び工程(ii)における該pH値は、4.0～4.3に維持される。

【0042】

本発明は、さらに、上述した特徴及び実施形態のいずれかの方法で製造された、触媒ファブリックフィルター基材を提供する。

【0043】

50

触媒ファブリックフィルターは、好ましくは、フィルターバッグの形態にある。

本発明の特徴は次のとおりである。

1. 触媒ファブリックフィルターを製造する方法であって、該方法は、次の工程；

a) ファブリックフィルター基材を提供する工程；

b) 酸化物金属担体のナノ粒子上に分散させた一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物の水性ヒドロゾル、一種又は二種以上の第一アミンを含む分散剤、及び界面活性剤を含む、水性の含浸液を提供する工程；

c) 該ファブリックフィルター基材を、該含浸液で含浸する工程；

d) 該含浸させたファブリックフィルター基材を、300未満の温度で乾燥及び熱活性化させて、該触媒前駆体の一種又は二種以上の金属化合物をそれらの触媒的に活性な形態に変換させる工程、を含む、上記の方法。

10

2. 前記含浸させたファブリックの基材の熱活性化が、該含浸させたファブリックの基材をろ過ユニットに組み込む前に、又はそれに続いて行われる、上記の特徴1に記載の方法。

3. 前記ファブリックフィルター基材が、ポリマー材料で被覆されたガラス繊維の織布又は不織布からなる、上記の特徴1又は2に記載の方法。

4. 前記ポリマー材料が、ポリテトラフルオロエチレンからなる、上記の特徴3に記載の方法。

5. 前記一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物が、メタバナジン酸アンモニウム、メタタングステン酸アンモニウム、ヘプタモリブデン酸アンモニウム、硝酸パラジウム、炭酸水素テトラアンミン白金(II)又はそれらの混合物を含む、上記の特徴1～4のいずれか一つに記載の方法。

20

6. 前記一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物の触媒的に活性な形態が、一種又は二種以上の酸化バナジウム、酸化タングステン、酸化モリブデン、酸化物及び/又は金属の形態のパラジウム及び白金を含む、上記の特徴1～5のいずれか一つに記載の方法。

7. 前記一種又は二つ以上の触媒金属前駆体化合物の触媒的に活性な形態が、五酸化バナジウム及び金属及び/又は酸化物の形態のパラジウムからなる、上記の特徴6に記載の方法。

8. 前記酸化物の金属担体が、チタン、アルミニウム、セリウム、ジルコニウムの酸化物、又はそれらの混合物及び化合物を含む、上記の特徴1～7のいずれか一つに記載の方法。

30

9. 前記酸化物の金属担体が、10～150nmの粒度を有する酸化チタンのナノ粒子からなる、上記の特徴8に記載の方法。

10. 前記分散剤が、モノメチルアミン、モノエチルアミン、モノプロピルアミン、及びモノブチルアミンからなる群の一種又は二種以上から選択される第一アミンを含む、上記の特徴1～9のいずれか一つに記載の方法。

11. 前記分散剤がモノエチルアミンからなる、上記の特徴10に記載の方法。

12. 前記分散剤が、前記含浸液の7よりも高いpHになるような量で、該含浸液に添加される、上記の特徴1～11のいずれか一つに記載の方法。

13. 前記触媒ファブリックフィルターが、約5～約8重量%の触媒活性材料を含む、上記の特徴1～12のいずれか一つに記載の方法。

40

14. 前記水性の含浸液が、次の工程、

i) 前記一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物及び前記酸化物金属担体を水に添加し、そしてその液体に、該液体のpHが、前記一種又は二種以上の触媒前駆体金属化合物の表面電荷が負であり、かつ、前記酸化物金属担体のゼータ電位が正である該水のpHを維持するように該水に連続的に酸を添加する工程；

ii) 前記酸化物金属担体の表面上に前記一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物を吸着させる工程；

iii) 前記製造された含浸液の7を超えるpH値が得られるような量でその製造された液に前記分散剤を添加する工程；及び引き続いて、

50

i v) 前記含浸液にパラジウム及び／又は白金が存在する場合に、工程 (i i i) で製造された含浸液にパラジウム及び／又は白金の塩を含む溶液を添加する工程、
によって製造される、上記の特徴 1 ~ 1 3 のいずれか一つに記載の方法。

1 5 . 工程 (i) 及び工程 (i i) における pH が 4 . 0 ~ 4 . 3 に維持される、上記の特徴 1 4 に記載の方法。

1 6 . 前記一種又は二種以上の触媒金属前駆体化合物が、メタバナジウム酸アンモニウム及び硝酸パラジウムである、上記の特徴 1 ~ 1 5 のいずれか一つに記載の方法。

1 7 . 上記の特徴 1 ~ 1 6 のいずれか一つに記載の方法によって製造された触媒ファブリックフィルター基材。

1 8 . 前記ファブリックフィルター基材が、フィルターバッグの形態にある、上記の特徴 1 7 に記載の触媒ファブリックフィルター基材。 10

【 0 0 4 4 】

本発明を以下の実施例においてより詳細に説明する。

【実施例】

【 0 0 4 5 】

実施例 1

バナジウム酸アンモニウム / チタニアを含有する含浸液の製造

- 1 . 3 7 . 2 6 k g の脱塩水を、3 . 1 1 k g の NH_4VO_3 と混合する。
- 2 . 2 9 . 6 2 k g のパールミル加工した TiO_2 のスラリー ($\text{LOI} = 18$ 重量% TiO_2) を、連続攪拌下で添加する。 NH_4VO_3 / TiO_2 比は、0 . 5 8 である。 20
- 3 . pH を監視し、かつ、連続的に増大させる。
- 4 . その pH を、濃縮した硝酸で間隔 4 . 0 ~ 4 . 3 に調節する。
- 5 . 数時間後、液体の pH を一定に維持し、そして、その液体を、一定の攪拌下に少なくとも 2 4 時間放置する。しかしながら、その pH は、3 時間毎に調節する必要がある。

【 0 0 4 6 】

得られた液体は赤い色を有しており、かつ、降伏点 ($Q \sim 2 \sim 4 \text{ Pa}$) を有する。

【 0 0 4 7 】

- 6 . 1 . 8 4 k g のエチルアミン (水中 7 0 %) を添加する (又は pH ~ 9 . 2 ~ 9 . 5 まで) 。

【 0 0 4 8 】

該液体はアイボリーホワイトになり、そして、非常に流動的である ($Q < 1$ かつ $\mu \sim 1 \text{ mPa}\cdot\text{s}$) 。 30

【 0 0 4 9 】

T e f l o n (登録商標) で被覆されたガラス繊維製のファブリックフィルターバッグを、上記の液体で含浸する。これらのフィルターバッグは、非常に疎水性であり、かつ、含浸を成功させるには著しい量の界面活性剤が必要である。

【 0 0 5 0 】

- 7 . 1 . 9 6 k g の S o f t a n o l - 9 0 界面活性剤を添加する。
- 8 . 数滴の上記の液体を該フィルターバッグ材料に添加することによって湿潤試験を行う。 40

【 0 0 5 1 】

湿潤試験が失敗した場合、追加の S o f t a n o l - 9 0 を添加しなければならない。

【 0 0 5 2 】

実施例 2

パラジウム / バナジウム酸アンモニウム / チタニア含有の含浸液の製造

【 0 0 5 3 】

この実施例では、含浸液中、チタニアの量当たり 3 6 3 5 重量 ppm の Pd を、以下に説明する工程によって含浸液に添加した。1 6 . 9 重量% の Pd を含有する $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ の水溶液としてパラジウムが利用可能であった。

- 1 . 所望量の Pd を算出した ; $3635 \text{ ppm} * 4 . 64 * 10^3 \text{ g} / 10^6 \text{ ppm} =$ 50

16.87 g の Pd

16.9 重量 % の Pd 溶液が利用可能であり、かつ、16.37 g の Pd / 0.169 = 99.8 g の溶液を抽出した。

2. Pd 溶液を、3 kg の水で希釈して、0.54 重量 % の Pd を含有する Pd 溶液とした。

3. それから含浸液を、実施例 1 において説明した同じ手順で製造したが、含浸液に 3 kg 少ない水を添加して、パールミル加工したスラリーは 20.65 重量 % の TiO_2 を含んでいた。

4. 工程 2 で製造したパラジウム溶液の全量を、工程 3 で製造した含浸液に、モノエチルアミンで pH を調節した後に添加した。Pd 溶液を漏斗を用いて滴下した。該 Pd 溶液の添加の間、液体は連続的に攪拌した。

10

5. Softanol-90 界面活性剤を最後に添加し、そして湿潤試験を行った。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I			
B 0 1 D	53/86	(2006.01)	B 0 1 D	53/86	2 2 2
B 0 1 D	53/94	(2006.01)	B 0 1 D	53/86	2 4 5
			B 0 1 D	53/86	2 8 0
			B 0 1 D	53/94	2 2 2
			B 0 1 D	53/94	2 4 5
			B 0 1 D	53/94	2 8 0

- (72)発明者 カステリノ・フランセスコ
デンマーク王国、 3 4 6 0 ピアゲレズ、ロリヒーズヴァイ、 3 1
- (72)発明者 コリン・トマス・ホルデン
デンマーク王国、 2 7 0 0 ブランスホイ、アビルヴァング、 4 2

審査官 菊地 寛

- (56)参考文献 国際公開第 2 0 1 3 / 1 8 2 2 5 5 (W O , A 1)
国際公開第 2 0 1 2 / 0 5 9 2 1 1 (W O , A 1)
特開平 1 0 - 2 3 0 1 1 9 (J P , A)
特開平 1 0 - 3 2 8 5 1 5 (J P , A)
特開 2 0 0 6 - 3 0 5 5 6 3 (J P , A)
特表 2 0 1 3 - 5 3 0 9 0 8 (J P , A)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B名)
- | | |
|---------|-----------|
| B 0 1 D | 3 9 / 0 0 |
| B 0 1 J | 3 7 / 0 0 |
| D 0 4 H | 1 / 4 2 |