

【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2部門第1区分

【発行日】令和6年7月22日(2024.7.22)

【国際公開番号】WO2022/101693

【公表番号】特表2023-549267(P2023-549267A)

【公表日】令和5年11月22日(2023.11.22)

【年通号数】公開公報(特許)2023-220

【出願番号】特願2023-528667(P2023-528667)

【国際特許分類】

B 01 J 21/12(2006.01)

B 01 J 37/04(2006.01)

B 01 J 37/03(2006.01)

B 01 J 37/10(2006.01)

B 01 J 37/30(2006.01)

B 01 J 37/06(2006.01)

B 01 J 37/08(2006.01)

B 01 J 37/00(2006.01)

B 01 J 32/00(2006.01)

B 01 J 35/60(2024.01)

B 01 J 23/888(2006.01)

C 01 F 7/782(2022.01)

10

20

30

40

【F I】

B 01 J 21/12 Z

B 01 J 37/04 102

B 01 J 37/03 B

B 01 J 37/10

B 01 J 37/30

B 01 J 37/06

B 01 J 37/08

B 01 J 37/00 F

B 01 J 32/00

B 01 J 35/10 301A

B 01 J 23/888 M

C 01 F 7/782

【手続補正書】

【提出日】令和6年7月11日(2024.7.11)

【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】

非晶質シリカ - アルミナ組成物の調製プロセスであって、

(a) ケイ素化合物の水溶液とアルミニウム化合物及び酸の水溶液とを、混合溶液のpHを1～3の範囲に維持しながら混合し、酸性化したシリカ - アルミナゾルを得るステップと、

(b) 塩基性沈殿剤の水溶液を、最終pHが5～8の範囲になるまで、前記酸性化した

50

シリカ - アルミナゾルに添加してシリカ - アルミナスラリーを共沈殿させるステップであって、前記塩基性沈殿剤は炭酸アンモニウム、重炭酸アンモニウム、及びそれらのいずれかの組み合わせから選択される前記ステップと、

ここで、ステップ( a )及び( b )は、密閉されたインライン混合機で行われ、

( c )任意選択で、前記シリカ - アルミナスラリーを熱水熟成させ、熱水熟成シリカ - アルミナスラリーを形成するステップと、

( d )前記シリカ - アルミナスラリーまたは前記熱水熟成シリカ - アルミナスラリーから沈殿固体を回収するステップであって、前記沈殿固体は、非晶質シリカ - アルミナ組成物と前記シリカ - アルミナ組成物の全重量に対して1～30重量%の範囲の量の結晶性水酸化炭酸アルミニウムアンモニウムとを含む、前記ステップと、

を含む前記プロセス。

10

#### 【請求項2】

前記ステップ( d )で得られた前記シリカ - アルミナ組成物を、洗浄、イオン交換、乾燥及び/またはか焼することをさらに含み、任意選択で、乾燥は、前記ステップ( d )で得られた前記シリカ - アルミナ組成物を噴霧乾燥することを含む、請求項1に記載のプロセス。

#### 【請求項3】

前記ケイ素化合物は、アルカリ金属ケイ酸塩、ケイ酸、コロイド状シリカ、沈降シリカ、ヒュームドシリカ、及びそれらのいずれかの組み合わせからなる群から選択される、請求項1に記載のプロセス。

20

#### 【請求項4】

前記ケイ素化合物はケイ酸ナトリウムであり、任意選択で、前記ケイ酸ナトリウムは、SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>Oの重量比が2.5～3.5の範囲である、請求項1に記載のプロセス。

#### 【請求項5】

前記ケイ素化合物を含む前記水溶液は、SiO<sub>2</sub>として表されるケイ素の含有量が2重量%～15重量%の範囲である前記ケイ素化合物を含む、請求項1に記載のプロセス。

#### 【請求項6】

前記アルミニウム化合物は、アルミニウム塩、ハロゲン化アルミニウム、及びアルカリ金属アルミン酸塩からなる群から選択される、請求項1に記載のプロセス。

30

#### 【請求項7】

前記アルミニウム化合物を含む前記水溶液は、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として表されるアルミニウムの含有量が2重量%～25重量%の範囲である前記アルミニウム化合物を含む、請求項1に記載のプロセス。

#### 【請求項8】

前記酸は、ギ酸、酢酸、塩酸、硝酸、硫酸、及びそれらのいずれかの組み合わせからなる群から選択される、請求項1に記載のプロセス。

#### 【請求項9】

前記ステップ( c )における熱水熟成は、20～200の温度で1～6時間実施される、請求項1に記載のプロセス。

40

#### 【請求項10】

少なくとも1.0cm<sup>3</sup>/gの全細孔容積を有する非晶質シリカ - アルミナを含むシリカ - アルミナ組成物であって、乾燥状態では、結晶相にある前記シリカ - アルミナ組成物の全重量に対して1～30重量%の水酸化炭酸アルミニウムアンモニウムを含む前記シリカ - アルミナ組成物。

#### 【請求項11】

前記非晶質シリカ - アルミナは、

( a )細孔容積が、1.0cm<sup>3</sup>/g～2.0cm<sup>3</sup>/gの範囲である、又は

( b )シリカの含有量が、20重量%～80重量%の範囲であり、アルミナの含有量が、20重量%～80重量%の範囲である、又は

50

(c) BET表面積が、 $300\text{ m}^2/\text{g}$  ~  $500\text{ m}^2/\text{g}$  の範囲である、

請求項10に記載のシリカ・アルミナ組成物。

**【請求項12】**

前記シリカ・アルミナ組成物は、乾燥状態では、

(a) 結晶相にある前記シリカ・アルミナ組成物の全重量に対して3~20重量%の水酸化炭酸アルミニウムアンモニウム、又は

(b) 結晶相にある前記シリカ・アルミナ組成物の全重量に対して5~15重量%の水酸化炭酸アルミニウムアンモニウム

を含む、請求項10に記載のシリカ・アルミナ組成物。

**【請求項13】**

前記シリカ・アルミナは、か焼状態では、結晶性物質を含まない、請求項10に記載のシリカ・アルミナ組成物。

**【請求項14】**

前記非晶質シリカ・アルミナ組成物は、

(a) メソ細孔容積が、少なくとも $0.7\text{ cm}^3/\text{g}$  である、又は

(b)  $200$  ~  $500$  の範囲の直径を有するメソ細孔の容積が、窒素物理吸着によって測定される全細孔容積の30% ~ 80%を表すような空隙率を有する、

請求項10に記載のシリカ・アルミナ組成物。

**【請求項15】**

シリカ・アルミナ組成物を調製する連続プロセスであって、

(a) ケイ素化合物の水溶液とアルミニウム化合物及び酸の水溶液とを、混合溶液のpHを1~3の範囲に維持しながら、第1の混合領域で連続的に接触及び混合するステップと、

(b) 前記第1の混合領域から第1の混合物を連続的に除去するステップであって、前記第1の混合物は酸性化したシリカ・アルミナゾルを含む前記ステップと、

(c) 前記第1の混合物と塩基性沈殿剤の水溶液とを、pHを5~8の範囲に維持しながら、第2の混合領域で連続的に接触及び混合し、シリカ・アルミナスラリーを生成するステップであって、前記塩基性沈殿剤は炭酸アンモニウム、重炭酸アンモニウム、及びそれらのいずれかの組み合わせから選択される前記ステップと、

ここで、ステップ(a)、(b)及び(c)は、密閉されたインライン混合機で行われ、

(d) 前記第2の混合領域から前記シリカ・アルミナスラリーを連続的に除去するステップと、

(e) 前記シリカ・アルミナスラリーから沈殿固体を回収するステップであって、前記沈殿固体は、非晶質シリカ・アルミナ組成物と前記シリカ・アルミナ組成物の全重量に対して1~30重量%の範囲の量の結晶性水酸化炭酸アルミニウムアンモニウムとを含む、前記ステップと、を含む、前記連続プロセス。

10

20

30

40

50