

(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2019-514674

(P2019-514674A)

(43) 公表日 令和1年6月6日(2019.6.6)

(51) Int.Cl.

C02F 11/14 (2019.01)
C02F 11/12 (2019.01)
B01D 21/01 (2006.01)

F 1

C02F 11/14
C02F 11/12
C02F 11/12
C02F 11/14
B01D 21/01

テーマコード(参考)

E 4D015
C 4D059
Z
B

B01D 21/01 102

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 39 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2018-556368 (P2018-556368)
(86) (22) 出願日 平成29年4月24日 (2017.4.24)
(85) 翻訳文提出日 平成30年12月25日 (2018.12.25)
(86) 國際出願番号 PCT/EP2017/059665
(87) 國際公開番号 WO2017/186645
(87) 國際公開日 平成29年11月2日 (2017.11.2)
(31) 優先権主張番号 16167585.5
(32) 優先日 平成28年4月28日 (2016.4.28)
(33) 優先権主張国 歐州特許庁(EP)
(31) 優先権主張番号 62/332,020
(32) 優先日 平成28年5月5日 (2016.5.5)
(33) 優先権主張国 米国(US)

(71) 出願人 505018120
オムヤ インターナショナル アーゲー
スイス国、ツエー・ハー・4665・オフ
トリンゲン、バスラーシュトラーセ・42
(74) 代理人 110001173
特許業務法人川口國際特許事務所
(72) 発明者 ポフェット、マルティン
スイス国、4600・オルテン、ラングハ
ークシュトラーセ・28
(72) 発明者 ジャギ、パスカル
スイス国、4632・トリンバッハ、ビュ
ンテンペーク・9
(72) 発明者 ジェラード、ダニエル・イー
スイス国、4058・バーゼル、ラインフ
エルダーシュトラーセ・12

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】表面処理された鉱物材料及び水浄化におけるその使用

(57) 【要約】

本発明は、水性汚泥及び/又は沈殿物の固形分を増加させるための方法、汚泥及び/又は沈殿物の固形分を増加させるための表面処理された鉱物材料の使用、及び前記方法によつて得ることができる、表面処理された鉱物材料と不純物とを含む複合材料に関する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

- 水性汚泥及び／又は沈殿物の固形分を増加させる方法であって、以下の工程：
- 不純物を含む、脱水されるべき水性汚泥及び／又は沈殿物を提供する工程；
 - 少なくとも1種の表面処理された鉱物材料を提供する工程であって、表面処理前の前記鉱物材料が、乾燥粉末の標準法ISO 787/11に従って測定された0.05g/mL～0.80g/mLのタップかさ密度を有し、前記鉱物材料が、前記鉱物材料にカチオン電荷を付与する材料によって表面処理されている、工程；
 - 表面処理された鉱物材料と不純物との複合材料を得るために、工程a)の汚泥及び／又は沈殿物を、工程b)の少なくとも1種の表面処理された鉱物材料と接触させる工程；及び
 - 工程c)の複合材料を含む汚泥及び／又は沈殿物から水を除去する工程を含む、方法。

【請求項 2】

工程a)の汚泥及び／又は沈殿物が、港湾汚泥、河川汚泥、沿岸汚泥又は消化汚泥、採掘汚泥、都市汚泥、土木工学汚泥、掘削泥水、石油掘削からの汚泥、醸造所又は他の飲料産業からの廃水又は処理水、製紙産業、着色料産業、塗料産業又は塗装産業の廃水又は処理水、農業廃水、食肉処理場廃水、皮革産業廃水及び皮革なめし産業のような、汚泥から選択される、請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

工程b)の少なくとも1種の表面処理された鉱物材料が、炭酸マグネシウム及び／又は炭酸カルシウムを含む鉱物材料及び／又はアルミニウム又はアルミニノケイ酸塩を含む鉱物材料及び／又はフィロケイ酸塩を含み、好ましくは軽石、スコリア、凝灰岩、MCC、カオリン、ベントナイト、アルミナ、ボーキサイト、石膏、炭酸マグネシウムパーライト、ドロマイド、ケイソウ土、ハンタイト、マグネサイト、ベーマイト、パリゴルスカイト、雲母、バーミキュライト、ハイドロタルサイト、ヘクトサイト、ハロイサイト、ギブサイト、カオリナイト、モンモリロナイト、イライト、アタパルジヤイト、ラポナイト、セピオライト、ハイドロマグネサイト、ゼオライト及びそれらの混合物からなる群から選択され、より好ましくはMCC、ハンタイト、パーライト、ハイドロマグネサイト、ゼオライト、ベントナイト及びそれらの混合物からなる群から選択され、最も好ましくはハイドロマグネサイト、ゼオライト及びそれらの混合物からなる群から選択される、請求項1又は2に記載の方法。

【請求項 4】

- 表面処理前の、前記少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の鉱物材料粒子が、1.0μm～300μmの間、好ましくは1μm～200μmの間、より好ましくは2μm～50μmの間、さらにより好ましくは3μm～30μmの間、最も好ましくは4μm～25μmの間の重量メジアン粒径d₅₀値を有し、及び／又は
- 表面処理前の、前記少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の鉱物材料が、乾燥粉末の標準法ISO 787/11に従って測定された、0.07g/mL～0.60g/mL、好ましくは0.08g/mL～0.40g/mL、最も好ましくは0.10g/mL～0.20g/mLのタップかさ密度を有し、及び／又は
- 表面処理前の、前記少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の鉱物材料粒子が、1～800m²/g、より好ましくは20～500m²/g、さらにより好ましくは30～300m²/g、最も好ましくは30～150m²/gの比表面積を有する、請求項1から3のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 5】

前記少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の表面処理が、一価、二価又は三価カチオン、カチオン性ポリマー、及びそれらの混合物からなる群から選択される、前記鉱物材料にカチオン電荷を提供する少なくとも1種の材料を含む、請求項1から4のいずれか一項に記載の方法。

10

20

30

40

50

【請求項 6】

前記カチオン性ポリマーが、

a) 1 mEq / g ~ 15 mEq / g の範囲、より好ましくは 2.5 mEq / g ~ 12.5 mEq / g の範囲、最も好ましくは 5 mEq / g ~ 10 mEq / g の範囲の正電荷密度を有し、及び／又は

b) 少なくとも 60% の、好ましくは少なくとも 70% の、より好ましくは少なくとも 80% の、さらにより好ましくは少なくとも 90% の、最も好ましくは 100% に等しい、モノマー単位がカチオン電荷を有し、及び／又は

c) 1,000,000 g / モル未満、より好ましくは 50,000 ~ 750,000 g / モル、さらにより好ましくは 50,000 ~ 650,000 g / モル、最も好ましくは 100,000 ~ 300,000 g / モルの重量平均分子量 M_w を有し、及び／又は

d) ジアリルジアルキルアンモニウム塩；三級及び四級化アミン；四級化イミン；アクリルアミド；メタクリルアミド；N,N-ジメチルアクリルアミド；アクリル酸；メタクリル酸；ビニルスルホン酸；ビニルピロリドン；ヒドロキシエチルアクリレート；スチレン；メチルメタクリレート及びビニルアセテート、好ましくはジアリルジアルキルアンモニウム塩及びアクリル酸から選択されるモノマー単位をベースとするホモポリマーであるか、又は

e) ジアリルジアルキルアンモニウム塩及びメタクリル酸から選択されるモノマー単位、並びにアクリルアミド；メタクリルアミド；N,N-ジメチルアクリルアミド；アクリル酸；メタクリル酸；ビニルスルホン酸；ビニルピロリドン；ヒドロキシエチルアクリレート；スチレン；メチルメタクリレート；ビニルアセテート及びそれらの混合物から選択されるコモノマー単位をベースとするコポリマーであり、好ましくは前記モノマー単位が、ジアリルジアルキルアンモニウム塩及びメタクリル酸から選択され、及び前記コモノマー単位が、アクリルアミド及びアクリル酸から選択されるコポリマーである

ポリマーを含む、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

前記一価、二価又は三価のカチオンが、Fe³⁺、Al³⁺、Mn²⁺、Zn²⁺ 及びそれらの混合物から選択される、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 8】

前記鉱物材料の利用可能な表面積の少なくとも 0.1%、好ましくは 0.2% ~ 50% の間、好ましくは 0.5% ~ 30% の間、さらにより好ましくは 0.7% ~ 20% の間、最も好ましくは 1.0% ~ 10% の間が、前記鉱物材料にカチオン電荷を提供する少なくとも 1 種の材料で表面処理されている、請求項 1 から 7 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 9】

工程 a) 又は c) の脱水されるべき汚泥及び／又は沈殿物を少なくとも 1 種のポリマー凝集助剤と接触させる工程 e) をさらに含む、請求項 1 から 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

工程 e) のポリマー凝集助剤が、

a) 100,000 ~ 10,000,000 g / モルの範囲、好ましくは 300,000 ~ 5,000,000 g / モルの範囲、より好ましくは 300,000 ~ 1,000,000 g / モルの範囲の重量平均分子量 M_w を有し、及び／又は

b) 非イオン性又はイオン性であり、好ましくはポリアクリルアミド、ポリアクリレート、ポリ(ジアリルジメチルアンモニウムクロライド)、ポリエチレンイミン、ポリアミン、デンプン及びそれらの混合物から選択されるカチオン性又はアニオン性ポリマーである、

請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

工程 d) が、濾過、沈降及び／又は遠心分離によって、好ましくは濾過によって実施さ

10

20

30

40

50

れる、請求項 1 から 10 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 12】

工程 d) の前、好ましくは工程 c) の後に、アニオン性ポリマーを添加する工程をさらに含む、請求項 1 から 11 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 13】

汚泥及び／又は沈殿物の固形分を増加させるための、表面処理された鉱物材料の使用であって、表面処理前の前記鉱物材料が、乾燥粉末の標準法 I S O 787 / 11 に従って測定した 0 . 05 g / mL ~ 0 . 80 g / mL のタップかさ密度を有し、前記鉱物材料が、前記鉱物材料にカチオン電荷を提供する材料で表面処理されている、使用。

【請求項 14】

請求項 1 から 12 のいずれか一項に記載の方法によって得ることができる、表面処理された鉱物材料と不純物とを含む複合材料。

【請求項 15】

前記汚泥及び／又は沈殿物からの濾過後かつ乾燥前の複合材料の総重量に基づいて、90重量%未満、好ましくは 80 重量%未満、より好ましくは 60 重量%未満、さらにより好ましくは 50 重量%未満、最も好ましくは 30 重量%未満の含水量を有する、請求項 14 に記載の複合材料。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、水性汚泥及び／又は沈殿物の固形分を増加させるための方法、汚泥及び／又は沈殿物の固形分を増加させるための表面処理された鉱物材料の使用、及び前記方法によって得ることができる、表面処理された鉱物材料と不純物とを含む複合材料に関する。

【背景技術】

【0002】

水質汚染は世界中で深刻な問題となっている。この点において、水質汚染は開発途上国の死亡及び疾病の主要な原因であると示唆されているが、先進工業国もこのような汚染問題への取り組みを続けている。一般に、水、汚泥及び沈殿物は、人為的な汚染物質によって損なわれた場合には汚染されたと言われ、飲料水としての使用等の人間の使用をサポートしない、及び／又は水生及び／又は陸生動植物に悪影響を及ぼす。

【0003】

水、汚泥及び沈殿物中の汚染につながる特定の汚染物質又は不純物には、多種多様な化学物質、病原体、及び高温悪臭及び変色等の物理的又は感覚的变化が含まれる。この点において、化学的汚染物質は、有機物質及び無機物質を含み得る。特に、無機成分の多くは天然のもの（カルシウム塩、ナトリウム塩、マンガン塩等）であることがあり、その濃度はしばしば何が天然の水、汚泥、又は沈殿物成分であり、何が汚染物質であるかを決定する際に重要である。そのような水、汚泥又は沈殿物汚染の供給源は、典型的には都市の廃水、地方の廃水又は産業廃水から生じる。しかし、汚染物質及び不純物は自然の水サイクルに入り得るので、汚染物質又は不純物を含む水、汚泥及び／又は沈殿物は、例えば、湖水、河川水、塩水、例えば、汽水、塩水又は海水、汚泥、例えば、港湾汚泥、海洋汚泥、沿岸汚泥、又は土木工事からの懸濁した沈殿物、例えば、掘削泥水又は褐炭汚泥であることがある。

【0004】

当技術分野では、汚染水の浄化及び／又は汚泥及び／又は懸濁した沈殿物の脱水に関するいくつかの取り組みが提案された。例えば、1つの取り組みは、細かい固形物、微生物、及び溶解した無機及び有機材料のような汚染物質の量を除去するか又は少なくとも減少させるための凝集剤の添加を含む。凝集とは、溶解した化合物及び／又はコロイド粒子がフロック又は「フレーク」の形態で溶液から除去される処理をいう。この用語はまた、微粒子が凝集してフロックになる処理を指すのにも用いられる。

【0005】

10

20

30

40

50

凝集剤 (f l o c c u l a n t) 又は凝集剤 (f l o c c u l a t i n g a g e n t) は、水、特に廃水、又は汚泥及び／又は沈殿物処理方法で凝集を促進するために使用される化学物質である。

【0006】

多くの凝集剤は、アルミニウム、鉄、カルシウム又はマグネシウムのような多価カチオンである。これらの正に帯電したイオンは負に帯電した粒子及び分子と相互作用して凝集に対する障壁を減少させる。さらに、適切な pH 及び他の条件の下で、これらの化学物質の多くは水と反応して不溶性水酸化物を形成し、これは沈殿すると一緒に結合して長い鎖又はメッシュを形成し、小さな粒子を物理的に捕捉してより大きなフロックになる。

【0007】

使用される一般的な凝集剤又は凝固剤は、硫酸アルミニウム又はポリ塩化アルミニウム (P A C) である。硫酸アルミニウムは水と反応して水酸化アルミニウムのフロックを形成する。アルミニウム化合物による凝固は、処理済水中にアルミニウムの残留物を残すことがあり、これは高濃度でヒトに有毒であり得る。ポリ塩化アルミニウム (P A C) の溶液では、アルミニウムイオンが、酸素原子によって架橋されたイオンのクラスターからなるポリマーを形成する。P A C は、例えば、茶色の変色を引き起こす有機材料、例えば、葉、及び／又は無機材料、例えば、鉄及びマンガン化合物を含む褐色飲料水の処理に使用される。しかし、P A C は、一般に水から褐色の変色を全て除去するのに十分ではない。

【0008】

塩化鉄 (I I I) は、別の一般的な凝固剤である。鉄 (I I I) 凝固剤は硫酸アルミニウムよりも広い pH 範囲で作用するが、多くの源水では効果がない。鉄化合物による凝固は、典型的には、処理済水中に鉄の残留物を残す。これは水にわずかな味を与え、磁器の取り付け具に褐色の汚れを引き起こす可能性がある。さらに、塩化鉄 (I I I) は、水処理システムにおいて腐食の危険性を与える。

【0009】

さらに、活性炭又はベントナイトのような高い比表面積に基づく水処理のための周知の凝集剤は、それらが細かく分割された状態のために媒体から除去されるべき物質の吸着後に分離するのが非常に難しいという一般的な欠点を有する。

【0010】

別の戦略は、ポリマー凝集助剤の使用を含む。既知のポリマー凝集助剤はポリアクリルアミドである。しかし、この取り組みの 1 つの問題は、これらのポリマー凝集助剤が、処理されるべき水中の全ての微細な固体粒子の凝集を確実にするために、通常は大幅に過剰に投薬されることである。したがって、凝集した物質を水相から分離した後、濾液中のポリアクリルアミドの含量は、使用される大量の高分子量凝集助剤のために通常増加する。しかし、ポリマー凝集助剤、特にポリアクリルアミドを含有する水に関しては厳しい環境に関するケネンがあるので、濾液は自然界で容易に処理することができず、したがって、濾液からポリマー凝集助剤を除去するためにさらに時間及び費用を要する浄化工程が必要となる。

【0011】

別の取り組みは、表面処理された炭酸カルシウムの使用であって、炭酸カルシウムの利用可能な表面積の少なくとも一部が、E P 2 5 8 9 4 3 0 又はW O 2 0 1 4 / 1 8 0 6 3 1 に開示されている少なくとも 1 種のカチオン性ポリマーを含むコーティングによって覆われる使用を含む。C A 2 7 3 4 3 1 0 には、係留 (t e t h e r i n g) ポリマーを有するアンカー粒子の使用が開示されている。これらの固体材料の表面がポリカチオン性ポリマーで処理されている固体材料を用いることによる溶解化合物及び／又はコロイド粒子の凝集は、E P 0 2 7 3 3 3 5 に開示されている。

【0012】

しかし、この取り組みの 1 つの問題は、凝集した材料が水相から、例えば、濾過によって除去される場合、フィルターは比較的短時間で塞がることである。したがって、このようにして得られたフィルターケーキ中の含水量は比較的高く、その結果、燃焼時のエネ

10

20

30

40

50

ルギー消費が劇的に増加する。さらに、このような過処理は、脱水速度が遅いために非常に時間がかかることが多い。さらに、得られた汚泥及び／又は沈殿物は、上記の問題のために脱水することが困難であるため、このような処理された汚泥及び／又は沈殿物中の固形分は非常に低いままである。これは、汚泥及び／又は沈殿物が、例えば、機械的な掘削機のような適切な装置で掘ることができるが、依然として幾分か強力な圧送を必要とするであろう半固体材料として取り扱うことができないので、取り扱いが非常に複雑であるという結果をもたらす。表面上の浮遊材料はスキミングによってのみ除去することができ、これは大きなタンクを必要とし、それにもかかわらずスキミングされた材料はスキミングのように脱水工程を経なければならないであろうことから、水も除去され、したがって追加の脱水装置を導入する必要がある。

10

【0013】

したがって、既存の凝集剤又は方法よりも優れた性能を提供する汚泥及び／又は沈殿物の処理方法で使用することができ、又は既存の薬剤、物質又は方法の条件の性能を改善又は補完するために使用することができる代替の薬剤、物質又は方法の条件が絶えず必要とされている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0014】

【特許文献1】欧州特許出願公開第2589430号明細書

20

【特許文献2】国際公開第2014/180631号

【特許文献3】カナダ特許出願公開第2734310号明細書

【特許文献4】欧州特許出願公開第0273335号明細書

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0015】

この点について、本発明の1つの目的は、既存の凝集剤又は方法よりも優れた又は補足的な性能を提供し、処理されるべき水性汚泥及び／又は沈殿物の固形分を効果的に増加させる代替の薬剤、物質又は方法の条件を提供することに見出せる。

【0016】

別の目的は、既存の凝集剤又は方法よりも優れた又は補足的な性能を提供し、処理されるべき汚泥及び／又は沈殿物の濾過水中の不純物の濃度を効果的に減少させ、同時に好ましくは低コストで容易な実行を可能にする代替の薬剤、物質又は方法の条件を提供することである。

30

【0017】

本発明の別の目的は、汚泥及び／又は沈殿物の固形分を増加させるための方法に使用でき、既存の凝集剤又は方法よりも優れた又は補足的な性能を提供し、得られた汚泥又は沈殿物の総重量に基づいて比較的低い含水量を有する汚泥又は沈殿物を効果的にもたらす薬剤、物質又は方法の条件を提供することに見出せる。

【0018】

本発明のさらなる目的は、汚泥又は懸濁した沈殿物の濾過を容易にする薬剤、物質又は方法の条件を提供することに見出せる。

40

【課題を解決するための手段】

【0019】

上記及びその他の目的は、独立請求項に定義される本発明の主題によって解決される。

【0020】

本発明の第1の態様は、水性汚泥及び／又は沈殿物の固形分を増加させる方法であって、以下の工程：

a) 不純物を含む、脱水されるべき水性汚泥及び／又は沈殿物を提供する工程；

b) 少なくとも1種の表面処理された鉱物材料を提供する工程であって、表面処理前の鉱物材料が、乾燥粉末の標準法ISO 787/11に従って測定された0.05g/m

50

$L \sim 0.80 g / mL$ というタップかさ密度を有し、鉱物材料が、鉱物材料にカチオン電荷を付与する材料によって表面処理されている、工程；

c) 表面処理された鉱物材料と不純物との複合材料を得るために、工程 a) の汚泥及び／又は沈殿物を、工程 b) の少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料と接触させる工程；及び

d) 工程 c) の複合材料を含む汚泥及び／又は沈殿物から水を除去する工程を含む、方法に関する。

【0021】

驚くべきことに、本発明者らは、鉱物材料にカチオン電荷を提供する少なくとも 1 種の材料で鉱物材料を表面処理することによって得られる表面処理された鉱物材料であって、表面処理前の鉱物材料が、乾燥粉末の標準法 ISO 787/11 に従って測定された $0.05 g / mL \sim 0.80 g / mL$ というタップかさ密度を有する該表面処理された鉱物材料が、水性汚泥及び／又は沈殿物の固形分を増加させるために効果的に使用することができることを見出した。さらに、そのような表面処理された鉱物材料は、水性汚泥及び／又は沈殿物中の水の浄化に使用することができる。

10

【0022】

本発明者らは、そのような表面処理された鉱物材料が、少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料が処理されるべき水性汚泥及び／又は沈殿物の表面上に少なくとも部分的に適用され又は処理されるべき水性スラッジ及び／又は懸濁した沈殿物と混合された時に水性汚泥及び／又は沈殿物中の不純物に対し優れた結合活性を提供することを見出した。さらに、本発明者らは、そのような安定な懸濁液の濾過中のフィルターの閉塞又は目詰まりを低減又は防止することができ、そのように得られたフィルターーケーキ中の含水量が比較的低く、これは燃焼時のエネルギー消費を劇的に減少させ、したがって、エネルギーコストの削減をもたらすことを見出した。したがって、水性汚泥及び／又は沈殿物の固形分を増加させる有効な方法が提供される。かさ密度の選択は、本発明の方法にとって決定的に重要なことが観察された。乾燥粉末の処理前に鉱物材料の $0.05 g / mL \sim 0.80 g / mL$ という選択された密度の範囲が、とりわけ鉱物材料の多孔性を反映していると考えられる。そのような選択は、表面処理と組み合わせて、水性汚泥及び／又は沈殿物中の固形分の前記した増加に相当な程度寄与する。

20

【0023】

本発明の別の態様は、汚泥及び／又は沈殿物の固形分を増加させるための表面処理された鉱物材料の使用に関し、表面処理前の鉱物材料は、乾燥粉末の標準法 ISO 787/11 に従って測定された $0.05 g / mL \sim 0.80 g / mL$ というタップかさ密度を有し、鉱物材料は、鉱物材料にカチオン電荷を提供する材料で表面処理されている。

30

【0024】

本発明の別の態様は、本発明による方法によって得ることができる、表面処理された鉱物材料と不純物とを含む複合材料に関する。

【0025】

本発明の目的について、以下の用語は以下の意味を有することが理解されるべきである。

40

【0026】

本発明の意味における「浄化」という用語は、有害な化合物及び／又は水中で許容されない他の化合物の減少又は除去を指す。さらに、この用語は、水中における天然に存在する化合物の濃度の減少を指す。

【0027】

本発明の意味における「不純物」という用語は、水及び／又は汚泥及び／又は沈殿物中のそれらの濃度が天然の濃度を上回る天然化合物及び／又は天然に存在しない化合物を指す。

【0028】

本発明の意味における「鉱物材料」という用語は、 25°C の温度及び正確に 100 kPa

50

a の絶対圧力を指す標準的な周囲温度及び圧力 (S A T P) 下で固体である、天然に存在する又は合成的に生成された物質を指す。天然に存在する物質は無機であり、結晶構造を有するか又は非晶質である。

【0029】

本発明の意味における「表面処理された」鉱物材料という用語は、鉱物材料粒子をよりカチオン性にするための追加の処理工程を経て、鉱物材料にカチオン電荷を提供する材料で処理された鉱物材料を指す。この出願において、化合物(特にカチオン性ポリマー又は三価カチオン)が(粒子状の)鉱物材料上に「被覆される」又は「担持される」と記載される場合、これは、前記化合物が、前記粒子の外部から直接接近可能な粒子の部位の全て又は一部に概ね存在することを意味する。これらの部位は、粒子の外表面と、外表面から接近可能な細孔又は空洞とを含む。

10

【0030】

本発明の意味における「利用可能な (accessible) 表面積」又は「利用可能な外表面」という用語は、利用可能な又は当業者に知られている混合及び/又はコーティング技術によって塗布され、それによってカチオン性表面処理材料の単層を鉱物材料粒子の表面に形成することができる鉱物材料にカチオン電荷を提供する少なくとも1種の材料に曝露される鉱物材料粒子の表面を指す。この点について、利用可能な表面積が完全に飽和するのに必要なカチオン性表面処理材料の量は、単層濃度として定義されることに留意すべきである。したがって、鉱物材料粒子の表面上に二層又は多層構造を形成することによって、より高い濃度を選択することができる。このような単層濃度は、Papirer、Schultz及びTuruchiの刊行物(Eur. Polym. J., 20巻、12号、1155~1158頁、1984)に基づいて、当業者によって容易に計算することができる。

20

【0031】

本出願の意味における「微粒子」という用語は、複数の粒子から構成される材料を指す。複数の粒子は、例えば、その粒度分布によって定義することができる。

【0032】

本発明の意味において「鉱物材料にカチオン電荷を提供する材料」という用語は、鉱物材料に結合した場合に正の全体電荷を提供する任意の表面処理材料又はコーティング材料を指す。「一価、二価又は三価のカチオン」という用語は、例えば、Fe³⁺イオン、Al³⁺イオン、Mn²⁺イオン又はZn²⁺イオン等の一価、二価又は三価の正の荷電を有するカチオンを指す。本発明の意味における「カチオン性ポリマー」という用語は、鉱物材料に結合した場合に正の全体電荷を提供する任意のポリマーを指す。したがって、正の全体電荷を提供するのに充分なカチオン性モノマー単位が依然として存在する限り、アニオン性モノマー単位の存在は排除されない。鉱物材料に結合した場合に全体的に正の電荷を与える両性ポリマーについても同様である。

30

【0033】

本発明の意味における「タップかさ密度」という用語は、個々の粒子がいかに密接に密集するかに依存する粉末の密度を指す。かさ密度は、固形物の真密度だけでなく、粒度分布、粒子形状及び凝集力の影響を受ける。粉末材料の取り扱い又は振動は、凝集力を克服し、粒子を互いに対し移動させることができ、そのためより小さな粒子はより大きな粒子間の空間に進入することができる。粉末が占める総体積は減少し、その密度は増加する。最終的に、圧力を加えることなく、それ以上の自然な粒子充填を測定することはできない。この段階で、最大の粒子充填が達成される。タップ速度、落下高さ及び容器サイズについての制御された条件下では、最大充填効率の条件は非常に再現性がある。これにより、タップ密度を正確に測定することができる。このタップ密度の測定は、ISO 787/11(787-11:1981「General methods of test for pigments and extenders Part 11: Determination of tamped volume and apparent density after tapping」(顔料及び增量剤の一般試験方法 -

40

50

第11部：充填後の充填量及び見掛け密度の決定」)で公式化されている。自動的なタップ密度の決定も行うことができる。

【0034】

本発明の関連で、「細孔」という用語は、多孔質粒子(粒子間細孔)内の粉末又は成形体及び/又は空間のように、粒子の間及び/又は粒子内部に見出される空間、即ち、粒子が最近接の接触の下で一緒に詰まる時に形成され(粒子間の細孔)、液体によって飽和したときに圧力下での液体の通過を可能にし、及び/又は表面湿潤液体の吸収を支援する空間を記述するものとして理解されるべきである。

【0035】

本発明による「粒子内に侵入した比細孔容積」は、水銀圧入ポロシメトリー測定から計算することができ、粒子を含む試料の単位質量当たりに粒子内部に見出される測定細孔容積をいう。侵入した総比空隙容量は、試料の単位質量当たりの、水銀が侵入する可能性がある全ての個々の細孔容積の合計を表し、Micrometrics Autopore

IV水銀ボロシメータを用いる水銀ボロシメトリーによって測定することができる。例示的な水銀ボロシメトリー実験は、捕捉されたガスを除去するための多孔質試料の排気を伴い、その後試料は水銀で取り囲まれる。試料によって置換された水銀の量は、試料のバルク体積V bulkの計算を可能にする。次に、圧力が水銀に加えられ、外部表面につながった細孔を通って水銀が試料中に侵入する。水銀の最大印加圧力は、ラプラススロート直径0.004μmに相当する414MPaとすることができる。このデータは、水銀及びペネトロメータ効果、及びサンプル圧縮に関し、Pore-Comp(P.A.C.Ganeら、「Void Space Structure of Compressible Polymer Spheres and Consolidated Calcium Carbonate Paper-Coating Formulations(圧縮性ポリマー球の空間構造及び強化した炭酸カルシウム紙コーティング配合物」、Industrial and Engineering Chemistry Research 1996, 35(5): 1753~1764)を用いて補正することができる。累積侵入曲線の一次導関数を取ることにより、存在する場合には細孔遮蔽の影響を必然的に含む、等価なラプラス直径に基づく細孔径分布が明らかになる。侵入した総比空隙容積は、水銀ボロシメトリーによって決定された試料の単位質量当たりの空隙容積に対応する。

【0036】

「固体物(固体)」という用語は、材料の物理的状態を指す。他に示されない限り、この物理的状態は20の温度で観察されたものとする。

【0037】

化合物の「絶対的な水への溶解度」は、平衡条件下で20で単相混合物を観察することができる水中の化合物の最大濃度として理解されるべきである。絶対的な水への溶解度は、水100g当たりの化合物のgで与えられる。

【0038】

本明細書中の粒状材料の「粒径」は、粒径 d_x の分布によって記載される。ここで、値 d_x は、粒子のx重量%が d_x 未満の直径を有する直径を表す。これは、例えば d_{20} 値が、全粒子の20重量%がその粒径よりも小さい粒径であることを意味する。 d_{50} 値は重量メジアン粒径であり、即ち、全粒子のその粒径よりも50重量%がより大きく、50重量%がその粒径よりも小さい。本発明の目的に関し、特に示されない限り、粒径は重量メジアン粒径 d_{50} として特定される。粒径は、マイクロメリティクス・インソトルメント社(Micromeritics Instrument Corporation)のSedigraph(商標)5100装置を用いて決定した。この方法及び装置は、当業者に知られており、充填剤及び顔料の粒径を決定するために一般に使用される。0.1重量%Na₄P₂O₇の水溶液中で測定を行った。

【0039】

本明細書を通じて使用される材料の「比表面積」(m²/gで表される)は、窒素を吸

10

20

30

30

40

50

着ガスとして使用する Brunauer Emmett Teller (BET) 法及びマイクロメリティクスの Gemini V 装置の使用によって決定することができる。この方法は、当業者に周知であり、ISO 9277:1995 に定義されている。測定前に試料を 250 で 30 分間調整する。材料の総表面積 (m^2) は、比表面積 (m^2/g) と材料の質量 (g) との積で求めることができる。

【0040】

必要であれば、本発明の意味において重量 % で与えられる懸濁液の「固形分」及び重量 % で与えられる複合材料の「含水量」は、メトラー・トレド (Mettler-Toledo) の湿度分析計 HR 73 (T = 120)、自動スイッチオフ 3、標準乾燥) を用いて、試料サイズ 5 ~ 20 g で決定することができる。

10

【0041】

別段の指定がない限り、「乾燥 (する)」という用語は、得られた「乾燥された」材料が 120 において一定重量に達するように、少なくとも一部の水を乾燥されるべき材料から除去する処理を指す。さらに、「乾燥した (された)」又は「乾燥」材料は、別段の指定がない限り、乾燥材料の総重量を基準として、1.0 重量 % 以下、好ましくは 0.5 重量 % 以下、より好ましくは 0.2 重量 % 以下、最も好ましくは 0.03 ~ 0.07 重量 % の間である総水分含量によって定義される。

【0042】

単数名詞を参照するときに不定冠詞又は定冠詞 (例えば、「a」、「an」又は「the」) が使用される場合、特に明記されていない限り、これにはその名詞の複数形が含まれる。

20

【0043】

「含む (comprising)」という用語が本明細書及び特許請求の範囲で使用される場合、他の要素を排除するものではない。本発明のために、「からなる (consisting of)」という用語は、「含む」という用語の好ましい実施形態であると考えられる。以下、ある群が少なくとも特定の数の実施形態を含むと定義される場合、これは、好ましくはこれらの実施形態のみからなる群を開示すると理解されるべきである。

【0044】

「得ることができる」又は「定義することができる」及び「得られた」又は「定義された」のような用語は、互換的に用いられる。これは、例えば、文脈が明確に他の意味を指示しない限り、「得られた」という用語は、例えば、実施形態が、例えば、「得られた」という用語に続く一連の工程によって得られなければならないことを示すことを意味するものではないが、そのような限定された理解は、好ましい実施形態として「得られた」又は「定義された」という用語に常に含まれる。

30

【0045】

「含む (including)」又は「有する (having)」という用語が使用されるときはいつでも、これらの用語は上記で定義した「含む (comprising)」と同等であることを意味する。

【0046】

本発明の方法及びその使用の有利な実施形態は、対応する従属請求項に定義される。

40

【0047】

本発明の一実施形態によれば、工程 a) の汚泥及び / 又は沈殿物は、港湾汚泥、河川汚泥、沿岸汚泥又は消化汚泥、採掘汚泥、都市汚泥、土木工学汚泥、掘削泥水、石油掘削からの汚泥、醸造所又は他の飲料産業からの廃水又は処理水、製紙産業、着色料産業、塗料産業又はコーティング産業の廃水又は処理水、農業廃水、食肉処理場廃水、皮革産業廃水及び皮革なめし産業のような汚泥を含む。

【0048】

本発明の別の実施形態によれば、工程 b) の少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料は、炭酸マグネシウム及び / 又は炭酸カルシウムを含む鉱物材料及び / 又はアルミニウム又はアルミニノケイ酸塩を含む鉱物材料及び / 又はフィロケイ酸塩を含み、好ましくは軽石

50

、スコリア、凝灰岩、MCC、カオリン、ベントナイト、アルミナ、ボーキサイト、石膏、炭酸マグネシウム、パーライト、ドロマイド、ケイソウ土、ハンタイト、マグネサイト、ベーマイト、パリゴルスカイト、雲母、バーミキュライト、ハイドロタルサイト、ヘクトサイト、ハロイサイト、ギブサイト、カオリナイト、モンモリロナイト、イライト、アタパルジヤイト、ラポナイト、セピオライト、ハイドロマグネサイト、ゼオライト及びそれらの混合物からなる群から選択され、より好ましくはMCC、ハンタイト、パーライト、ハイドロマグネサイト、ゼオライト、ベントナイト及びそれらの混合物からなる群から選択され、最も好ましくはハイドロマグネサイト、ゼオライト及びそれらの混合物からなる群から選択される。

【0049】

10

本発明の別の実施形態によれば、表面処理前の少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の鉱物材料粒子は、 $1.0 \mu\text{m} \sim 300 \mu\text{m}$ の間、好ましくは $1 \mu\text{m} \sim 200 \mu\text{m}$ の間、より好ましくは $2 \mu\text{m} \sim 50 \mu\text{m}$ の間、さらにより好ましくは $3 \mu\text{m} \sim 30 \mu\text{m}$ の間、最も好ましくは $4 \mu\text{m} \sim 25 \mu\text{m}$ の間の重量メジアン粒径 d_{50} 値を有し、及び/又は表面処理前の少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の鉱物材料は、乾燥粉末の標準法ISO 787/11に従って測定された、 $0.07 \text{ g/mL} \sim 0.60 \text{ g/mL}$ 、好ましくは $0.08 \text{ g/mL} \sim 0.40 \text{ g/mL}$ 、最も好ましくは $0.10 \text{ g/mL} \sim 0.20 \text{ g/mL}$ のタップかさ密度を有し、及び/又は表面処理前の少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の鉱物材料粒子は、 $1 \sim 800 \text{ m}^2/\text{g}$ 、より好ましくは $20 \sim 500 \text{ m}^2/\text{g}$ 、さらにより好ましくは $30 \sim 300 \text{ m}^2/\text{g}$ 、最も好ましくは $30 \sim 150 \text{ m}^2/\text{g}$ の比表面積を有する。

【0050】

本発明の別の実施形態によれば、少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の表面処理は、一価、二価又は三価カチオン、カチオン性ポリマー、及びそれらの混合物からなる群から選択される、鉱物材料にカチオン電荷を提供する少なくとも1種の材料を含む。

【0051】

本発明の別の実施形態によれば、カチオン性ポリマーは、 $1 \text{ meq/g} \sim 15 \text{ meq/g}$ の範囲、より好ましくは $2.5 \text{ meq/g} \sim 12.5 \text{ meq/g}$ の範囲、最も好ましくは $5 \text{ meq/g} \sim 10 \text{ meq/g}$ の範囲の正電荷密度を有し、及び/又は少なくとも60%、好ましくは少なくとも70%、より好ましくは少なくとも80%の、さらにより好ましくは少なくとも90%の、最も好ましくは100%に等しい、モノマー単位がカチオン電荷を有し、及び/又は $1,000,000 \text{ g/mol}$ 未満、より好ましくは $50,000 \sim 750,000 \text{ g/mol}$ 、さらにより好ましくは $50,000 \sim 650,000 \text{ g/mol}$ 、最も好ましくは $100,000 \sim 300,000 \text{ g/mol}$ の重量平均分子量 M_w を有し、及び/又はジアリルジアルキルアンモニウム塩；三級及び四級化アミン；四級化イミン；アクリルアミド；メタクリルアミド；N,N-ジメチルアクリルアミド；アクリル酸；メタクリル酸；ビニルスルホン酸；ビニルピロリドン；ヒドロキシエチルアクリレート；スチレン；メチルメタクリレート及びビニルアセテート、好ましくはジアリルジアルキルアンモニウム塩及びアクリル酸から選択されるモノマー単位をベースとするホモポリマーであるか、又はジアリルジアルキルアンモニウム塩及びメタクリル酸から選択されるモノマー単位、並びにアクリルアミド；メタクリルアミド；N,N-ジメチルアクリルアミド；アクリル酸；メタクリル酸；ビニルスルホン酸；ビニルピロリドン；ヒドロキシエチルアクリレート；スチレン；メチルメタクリレート；ビニルアセテート及びそれらの混合物から選択されるコモノマー単位をベースとするコポリマーであり、好ましくはモノマー単位が、ジアリルジアルキルアンモニウム塩及びメタクリル酸から選択され、及びコモノマー単位が、アクリルアミド及びアクリル酸から選択されるコポリマーであるポリマーを含む。

【0052】

本発明の別の実施形態によれば、一価、二価又は三価のカチオンは、 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Mn^{2+} 、 Zn^{2+} 及びそれらの混合物から選択される。

50

【0053】

本発明の別の実施形態によれば、鉱物材料の利用可能な表面積の少なくとも0.1%、好ましくは0.2%~50%の間、好ましくは0.5%~30%の間、さらにより好ましくは0.7%~20%の間、最も好ましくは1.0%~10%の間が、鉱物材料にカチオン電荷を提供する少なくとも1種の材料で表面処理されている。

【0054】

本発明の別の実施形態によれば、本方法は、工程a)又はc)の脱水されるべき汚泥及び/又は沈殿物を少なくとも1種のポリマー凝集助剤と接触させる工程e)をさらに含む。

【0055】

本発明の別の実施形態によれば、工程e)のポリマー凝集助剤は、100,000~10,000,000g/molの範囲、好ましくは300,000~5,000,000g/molの範囲、より好ましくは300,000~1,000,000g/molの範囲、最も好ましくは300,000~800,000g/molの範囲の重量平均分子量M_wを有する、及び/又は工程e)のポリマー凝集助剤は、非イオン性又はイオン性であり、好ましくはポリアクリルアミド、ポリアクリレート、ポリ(ジアリルジメチルアンモニウムクロライド)、ポリエチレンイミン、ポリアミン、デンプン及びそれらの混合物から選択されるカチオン性又はアニオン性ポリマーである。

【0056】

本発明の別の実施形態によれば、工程d)は、濾過、沈降及び/又は遠心分離によって、好ましくは濾過によって実施される。

【0057】

本発明の別の実施形態によれば、方法は、工程d)の前、好ましくは工程c)の後に、アニオン性ポリマーを添加する工程をさらに含む。

【0058】

本発明の別の実施形態によれば、複合材料は、汚泥及び/又は沈殿物からの濾過後かつ乾燥前の複合材料の総重量に基づいて、90重量%未満、好ましくは80重量%未満、より好ましくは60重量%未満、さらにより好ましくは50重量%未満、最も好ましくは30重量%未満の含水量を有する。

【0059】

上記のように、水性汚泥及び/又は沈殿物の固形分を増加させる本発明の方法は、工程a)、b)、c)及びd)を含む。以下では、本発明、特に水の浄化及び/又は汚泥及び/又は沈殿物の脱水のための本発明の方法の前述の工程のさらなる詳細について言及する。

【発明を実施するための形態】**【0060】**

<工程a)：脱水されるべき水性汚泥及び/又は沈殿物の供給>

本発明の方法の工程a)によれば、脱水されるべき水性汚泥及び/又は沈殿物が提供され、ここで、汚泥及び/又は沈殿物が不純物を含む。

【0061】

汚泥及び/又は沈殿物は、港湾汚泥、河川汚泥、沿岸汚泥又は消化汚泥、採掘汚泥、都市汚泥、土木工学汚泥、掘削泥水、石油掘削からの汚泥、醸造所又は他の飲料産業からの廃水又は処理水、製紙産業、着色料産業、塗料産業又はコーティング産業の廃水又は処理水、農業廃水、食肉処理場廃水、皮革産業廃水及び皮革なめし産業のような汚泥を含む。

【0062】

本発明の文脈内では、「処理水」という用語は、工業処理を実行又は維持するために必要な任意の水を指す。「廃水」という用語は、その使用場所、例えば、産業プラントから排水された任意の水を意味する。

【0063】

本発明の意味における「汚泥」という用語は、任意の種類の汚泥、例えば、一次汚泥、

10

20

30

40

50

生物汚泥、混合汚泥、消化汚泥、物理化学汚泥及び鉱物汚泥を指す。この点について、一次汚泥は沈降処理から生じ、通常、大きな粒子及び／又は緻密な粒子を含む。生物汚泥は、廃水の生物学的処理から生じ、通常、微生物の混合物で作られる。これらの微生物、主に細菌は、エキソポリマーの合成によって細菌のフロック中でアマルガム化する。混合汚泥は、一次汚泥と生物汚泥とのブレンドであり、通常、35重量%～45重量%の一次汚泥及び65重量%～55重量%の生物汚泥を含む。消化汚泥は、消化と呼ばれる過程における生物学的安定化工程から生じ、通常は生物汚泥又は混合汚泥について行われる。これは、異なる温度（中温性又は好熱性）及び酸素の存在又は非存在下（好気性又は嫌気性）で行うことができる。物理化学汚泥は、廃水の物理化学的処理の結果であり、化学処理によって生成されたフロックで構成される。鉱物汚泥は、採石場又は採掘選鉱処理等の鉱物処理中に生成される汚泥に与えられ、本質的に様々なサイズの鉱物粒子を含む。

10

【0064】

本発明の文脈内で、「沈殿物」という用語は、天然に存在する物質の、水を含む任意の粒子を指す。

【0065】

好ましくは、処理されるべき汚泥及び／又は沈殿物は、有機不純物及び／又は無機不純物を含む。

【0066】

本発明の方法に従って、処理されるべき汚泥及び／又は沈殿物は無機不純物を含む。本発明の意味における「無機不純物」という用語は、水及び／又は汚泥及び／又は沈殿物中のそれらの濃度が、水中で典型的に観察される天然の濃度を上回る天然に存在する化合物、及び／又は天然に存在しない化合物を指す。

20

【0067】

特に、多くの無機不純物は溶解した無機物、即ち、溶液中の無機物質、例えば、カルシウム及び／又はマグネシウムの重炭酸塩として典型的には存在し、これらは一時的な硬度を生じさせるが、硫酸塩及び塩化物は永久硬度を生じる。水及び／又は汚泥及び／又は沈殿物中に存在する他の無機不純物には、水に溶解して弱酸性の炭酸を生じる二酸化炭素、ナトリウム塩、砂の河床から浸出したケイ酸塩、食塩水の浸入による塩化物、注入薬液及び鉱物からのアルミニウム、肥料からのリン酸塩、強力な歯を促進する添加物に由来し、肥料及びアルミニウム工場からの排出物としてのフッ素化合物、肥料の使用による流出並びに浄化槽からの漏出としての硝酸塩及び亜硝酸塩化合物、飲料水媒介疾病に対処するための自治体のシステムの塩素化に由来する塩素又は汚水、鋼及び金属工場並びにプラスチック及び肥料工場からの排出物として得られるシアン化合物である。

30

【0068】

処理されるべき汚泥及び／又は沈殿物が重金属不純物を含む場合、それらは通常、鉱物及び鑄びた鉄パイプに由来する第一鉄及び第二鉄化合物；石油精製、難燃剤又は電子機器からの排出物として得られるアンチモン化合物；天然鉱床の浸食、果樹園からの流出、ガラス及び電子機器生産廃棄物からの流出に由来するヒ素化合物；掘削廃液の排出物及び金属精錬所からのバリウム化合物；金属精錬所及び石炭燃焼工場、並びに電気、航空宇宙及び防衛産業からの排出物として得られるベリリウム化合物；亜鉛めっきパイプの腐食過程、金属精錬所からの排出、並びに廃液バッテリー及び塗料からの流出に由来するカドミウム化合物；鋼及びパルプミルからの排出物として得られるクロム化合物；金属精錬所からの排出物、廃液電池からの流出物として得られるコバルト及びニッケル化合物；家庭配管システムの腐食過程に由来する銅及び鉛化合物；石油精製所及び鉱山、例えば、金属又は金属鉱石抽出用の鉱山又は汚染された汚泥を生産する他の鉱山からの排出物として得られるセレン化合物；鉱石処理場からの浸出、電子機器、ガラス及び薬品工場からの排出物として得られるタリウム化合物；又は鉱業、（亜鉛、鉛、カドミウム等の）金属の製錬及び鉄鋼生産、並びに石炭燃焼に由来する亜鉛又は水銀化合物であり、特定の廃棄物は亜鉛を環境に放出する可能性がある。

40

【0069】

50

さらに、処理されるべき汚泥及び／又は沈殿物は、有機不純物を含んでいてもよい。本発明の関連で、「有機不純物」という用語は広義に解釈されなければならず、特定の有機化合物、例えば、界面活性剤、多環化合物、コレステロール、又は内分泌攪乱化合物並びにより複雑な有機材料（例えば、微生物由来の有機材料）を包含する。

【0070】

本発明の意味における不純物は、有機不純物、無機不純物、生物学的不純物、鉱物不純物又はそれらの組み合わせを包含し、不純物は、溶解形態、分散形態又は乳化形態、並びにコロイド形態で存在してもよく、又は固体に吸着されてもよく、それらの組み合わせでもよく、又は他の形態であってもよい。

【0071】

好ましくは、浄化されるべき汚泥及び／又は沈殿物は、界面活性剤；コレステロール；内分泌攪乱化合物；アミノ酸；タンパク質；炭水化物；消泡剤；アルキルケテンダイマー（A K D）、アルケニルこはく酸無水物（A S A）又はそれらの混合物からなる群から選択されるサイジング剤；ポリビニルアセテート；ポリアクリレート、特にポリアクリレートラテックス；スチレンブタジエンコポリマー、特にスチレンブタジエンラテックス；微生物；鉱油；植物性油脂；又はそれらの任意の混合物から選択される有機不純物の少なくとも1種を含む。

【0072】

本発明の方法の別の好ましい実施形態では、有機不純物はピッチも含む。本発明で使用される「ピッチ」という用語は、製紙又はパルプ化処理で生成される特定の種類の有機材料を指す。製紙における主要な纖維源は、木材であり、粉碎、熱及び化学処理の組み合わせによるパルプ化中にその構成纖維に破壊される。この処理の間、木材に含まれる天然樹脂は、微細な液滴の形態で処理水中に放出される。これらの液滴がピッチと呼ばれる。ピッチの化学組成は、一般に4つの種類の親油性成分、即ち、脂肪及び脂肪酸；ステリルエステル及びステロール；テルペノイド；及びワックスに分けられる。化学組成は、樹木の多様性のような纖維源、及び試料が産生される季節的な成長に依存する。

【0073】

有機成分が界面活性剤である場合、界面活性剤はイオン性又は非イオン性であり得る。界面活性剤がアニオン性である場合、それはカルボン酸イオン、硫酸イオン又はスルホン酸イオンから選択される官能基を有することができる。界面活性剤がカチオン性である場合、その官能基は第4級アンモニウム基であることができる。

【0074】

処理されるべき汚泥及び／又は沈殿物が内分泌攪乱化合物を含む場合、それらは、好ましくは、内因性ホルモン、例えば、17 - エストラジオール（E 2）、エストロン（E 1）、エストリオール（E 3）、テストステロン又はジヒドロテストステロン；植物及びマイコホルモン、例えば、- シトステロール、ゲニステイン、ダイゼイン又はゼラレオン（z e r a l e o n）；薬品、例えば、17 - エチニルエストラジオール（E E 2）、メストラノール（M E）、ジエチルスチルベストロール（D E S）；及び工業化学物質、例えば、4 - ノニルフェノール（N P）、4 - t e r t - オクチルフェノール（O P）、ビスフェノールA（B P A）、トリブチルスズ（T B T）、メチル水銀、フタレート、P A K 又はP C B を含む群から選択される。

【0075】

処理されるべき汚泥及び／又は沈殿物が消泡剤を含む場合、それは、エチレンオキシドグリコールエーテル、シリコーン油系消泡剤、脂肪酸エステル消泡剤、又はそれらの任意の混合物であることができる。消泡剤は好ましくはスティッキー（s t i c k y）から選択することができる。スティッキーは、再生紙に由来する潜在的に沈殿物を形成する成分である。一般に、その例は、接着剤、ホットメルトプラスチック、印刷インキ及びラテックスである。製紙産業は、完成紙製品の製造において、紙纖維ファーニッシュ（f u r n i s h）の源として様々な量の再生纖維又は紙を使用する。再生紙は、多くの場合、上に概説した合成ポリマー材料で汚染されており、これらのポリマー材料は、製紙技術分野で

10

20

30

40

50

はスティッキーと呼ばれている。スティッキーは、木材の抽出画分からの天然の樹脂材料であるピッチとは異なる。E. L. Back 及び L. H. Allien、「Pitch Control, Wood Resin and Deresination(ピッチ制御、木材樹脂及びデレジネーション)」、Tappi Press、アトランタ、2000が参照され、スティッキーがさらに詳細に記載されている。

【0076】

処理されるべき汚泥及び／又は沈殿物が微生物を含む場合、それらは好ましくは細菌、真菌、古細菌又は原生生物から選択される。

【0077】

好ましい植物油は、食用油、例えば、ヤシ油、コーン油、綿実油、キャノーラ油、ヤシ油、大豆油、ヒマワリ油又はアマニ油である。

10

【0078】

浄化されるべき汚泥及び／又は沈殿物の正確な組成、及び特に無機不純物及び／又は有機不純物の量は、汚染水及び／又は汚泥及び／又は沈殿物の起源に依存して変化する。

【0079】

<工程 b) : 少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料の提供 >

本発明の方法の工程 b) によれば、少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料が提供される。

【0080】

「少なくとも 1 種の」表面処理された鉱物材料という表現は、1 種以上の表面処理された鉱物材料が本方法において提供され得ることを意味する。

20

【0081】

本発明の方法に従って、表面処理前の鉱物材料は、乾燥粉末の標準法 ISO 787 / 1 に従って測定された 0.05 g / mL ~ 0.80 g / mL のタップかさ密度を有し、鉱物材料は、鉱物材料にカチオン電荷を提供する材料によって表面処理されている。

【0082】

本発明の一実施形態によれば、工程 b) の少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料は、炭酸マグネシウム及び／又は炭酸カルシウムを含む鉱物材料及び／又はアルミニウム又はアルミノケイ酸塩を含む鉱物材料及び／又はフィロケイ酸塩を含み、好ましくは軽石、スコリア、凝灰岩、MCC、カオリン、ベントナイト、アルミナ、ボーキサイト、石膏、炭酸マグネシウム、パーライト、ドロマイ特、ケイソウ土、ハンタイト、マグネサイト、ベーマイト、パリゴルスカイト、雲母、バーミキュライト、ハイドロタルサイト、ヘクトサイト、ハロイサイト、ギブサイト、カオリナイト、モンモリロナイト、イライト、アタパルジヤイト、ラポナイト、セピオライト、ハイドロマグネサイト、ゼオライト及びこれらの混合物からなる群から選択され、より好ましくはMCC、ハンタイト、パーライト、ハイドロマグネサイト、ゼオライト、ベントナイト及びこれらの混合物からなる群から選択され、最も好ましくはハイドロマグネサイト、ゼオライト及びこれらの混合物からなる群から選択される。

30

【0083】

本発明の意味において「炭酸マグネシウム及び／又は炭酸カルシウムを含む鉱物材料」という用語は、炭酸マグネシウム又は炭酸カルシウム又は炭酸マグネシウム及び炭酸カルシウムを含む鉱物材料を指す。

40

【0084】

本発明の一実施形態によれば、鉱物材料は、天然炭酸カルシウム (GCC) 及び／又は合成又は沈降炭酸カルシウム (PCC) 及び／又は表面改質された炭酸カルシウム (MC) を含む。

【0085】

本発明の意味における「重質炭酸カルシウム」 (GCC) は、天然源、例えば、石灰石、大理石又はチョーク又はドロマイ特から得られ、粉碎、篩分け及び／又は湿式及び／又は乾式法による分画、例えば、サイクロン又は分級機による処理を通して処理された炭酸

50

カルシウムである。本発明の意味における「沈降炭酸カルシウム」(PCC)は、水性環境中の二酸化炭素と石灰との反応に続く沈殿、又は水中のカルシウム及び炭酸イオン源の沈殿によって一般に得られる合成材料である。本発明の意味における「表面改質された炭酸カルシウム」(MCC)は、表面処理された炭酸カルシウムの調製に先立ち、それを酸又はイオン及び二酸化炭素と反応させて得られる天然炭酸カルシウム及び/又は沈降炭酸カルシウムを指し、二酸化炭素は、酸処理によってその場で形成され、及び/又は外部供給源から供給される。

【0086】

一実施形態によれば、炭酸カルシウムは、鉱物材料中に、鉱物材料の総重量に基づいて0重量%~50重量%の量で、好ましくは0重量%~40重量%の量で、より好ましくは0重量%~25重量%の量で、さらにより好ましくは0重量%~10重量%の量で、さらにより好ましくは0重量%~5重量%の量で、最も好ましくは鉱物材料の総重量に基づいて0重量%~1重量%の量で存在する。本発明の好ましい実施形態によれば、重質又は天然炭酸カルシウム(GCC)、及び/又は合成又は沈降炭酸カルシウム(PCC)、及び/又は表面改質された炭酸カルシウム(MCC)は鉱物材料中に全く存在しない。

10

【0087】

炭酸マグネシウム及び/又は炭酸カルシウムを含む少なくとも1種の鉱物材料は、好ましくは炭酸マグネシウムを含む鉱物材料であり、より好ましくは石膏、ハンタイト、パーライト、ドロマイト、マグネサイト又はハイドロマグネサイトから選択され、最も好ましくはハンタイト又はハイドロマグネサイトから選択される。石膏は化学式 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ を有する。ハンタイトは化学式 $\text{Mg}_3\text{Ca}(\text{CO}_3)_4$ を有し、三方晶系で結晶化する。パーライトは、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Na_2O 、 K_2O 、 Fe_2O_3 、 MgO 及び CaO を含む様々な組成を有する非晶質火山ガラスである。ドロマイトは化学式 $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ を有し、三方晶系で結晶化する。ハイドロマグネサイトは化学式 $\text{Mg}_5(\text{CO}_3)_4(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ を有し、单斜角柱晶系の結晶系で結晶化する。マグネサイトは化学式 $\text{Mg}(\text{CO}_3)$ を有する。

20

【0088】

炭酸マグネシウム及び/又は炭酸カルシウムを含む少なくとも1種の鉱物材料は、副生成物としてさらなる鉱物材料、例えば、蛇紋岩、化学式 $(\text{Mg}, \text{Fe})_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ を有する含水マグネシウム鉄フィロケイ酸塩及び化学式 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ を有するブルース石をさらに含むことができる。副生成物は、炭酸マグネシウム及び/又は炭酸カルシウムを含む鉱物材料の総重量に基づいて、20重量%未満、好ましくは15重量%未満、より好ましくは10重量%未満、最も好ましくは5重量%未満の量で炭酸マグネシウム及び/又は炭酸カルシウムを含む鉱物材料中に存在し得る。

30

【0089】

本発明の好ましい実施形態によれば、少なくとも1種の鉱物材料は、炭酸マグネシウム及び/又は炭酸カルシウムを含む鉱物材料のみからなり、好ましくは、ハンタイト及び/又はハイドロマグネサイトからなる。本発明の例示的な実施形態によれば、少なくとも1種の鉱物材料は、ハイドロマグネサイトからなる。

40

【0090】

本発明の意味における「アルミニウム又はアルミノケイ酸塩を含む鉱物材料」という用語は、アルミニウム及び酸素並びに任意に珪素及び対カチオンから構成された鉱物を含む鉱物材料を指す。

【0091】

アルミニウムを含む少なくとも1種の鉱物材料は、好ましくは、アルミナ、ボーキサイト及びそれらの混合物を含む。アルミナ又は酸化アルミニウムは、化学式 Al_2O_3 を有する。ボーキサイト、アルミニウム鉱石は、主に鉱物ギブサイト $\text{Al}(\text{OH})_3$ 、ベーマイト $-\text{AlO}(\text{OH})$ 及びダイアスボア $-\text{AlO}(\text{OH})$ からなる。

【0092】

アルミノケイ酸塩を含む少なくとも1種の鉱物材料は、好ましくは、ゼオライトを含む

50

。本発明の意味におけるゼオライトは、多種多様なカチオン、例えば、 Na^+ 、 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等を収容することができる多孔質構造を有する。これらの陽イオンはむしろゆるく保持され、接触溶液中で他の物に容易に交換することができる。ゼオライトは化学式 $\text{NaAlSi}_2\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ を有する方沸石、化学式 $(\text{Ca}, \text{Na}_2, \text{K}_2, \text{Mg})\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{12} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ を有する菱沸石、化学式 $(\text{Na}, \text{K}, \text{Ca})_2 \cdot 3\text{Al}_3(\text{Al}, \text{Si})_2\text{Si}_{13}\text{O}_{36} \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ を有する斜ブチロル沸石、化学式 $(\text{Ca}, \text{Na})_2 \cdot 3\text{Al}_3(\text{Al}, \text{Si})_2\text{Si}_{13}\text{O}_{36} \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ を有する輝沸石、化学式 $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{10} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ を有するソーダフッ石、化学式 $(\text{Ca}, \text{Na}_2, \text{K}_2)_3\text{Al}_6\text{Si}_{10}\text{O}_{32} \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ を有するフィリップサイト、及び化学式 $\text{NaCa}_4(\text{Si}_{27}\text{Al}_9)\text{O}_{72} \cdot 28(\text{H}_2\text{O})$ を有する束沸石を含む。

10

【0093】

本発明の好ましい実施形態によれば、少なくとも1種の鉱物材料は、アルミニウム又はアルミノケイ酸塩を含む鉱物材料のみからなり、好ましくはゼオライトからなる。本発明のより好ましい実施形態によれば、少なくとも1種の鉱物材料は斜ブチロル沸石からなる。

【0094】

炭酸マグネシウム及び/又は炭酸カルシウムを含む少なくとも1種の鉱物材料は、副生成物としてさらなる鉱物材料、例えば、化学式 $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ を有するドロマイ特、化学式 CaF_2 を有する萤石、化学式 PbS を有する方鉛鉱、化学式 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ を有する石膏、化学組成 MnCO_3 を有するロードクロサイト、化学式 $(\text{Zn}, \text{Fe})\text{S}$ を有する閃亜鉛鉱、化学式 Sb_2S_3 を有する、アンチモナイトと呼ばれることがある輝安鉱を含むことができる。副生成物は、炭酸マグネシウム及び/又は炭酸カルシウムを含む鉱物材料の総重量に基づいて、20重量%未満、好ましくは15重量%未満、より好ましくは10重量%未満、最も好ましくは5重量%未満の量で、炭酸マグネシウム及び/又は炭酸カルシウムを含む鉱物材料中に存在することができる。

20

【0095】

鉱物材料は、軽石のような火山岩、スコリア又は凝灰岩のような火山岩に由来する場合がある。

【0096】

本発明の意味における「フィロケイ酸塩」という用語は、任意のシート状ケイ酸塩鉱物を指す。

30

【0097】

少なくとも1種のフィロケイ酸塩は、好ましくはベントナイトである。したがって、少なくとも1種のフィロケイ酸塩は好ましくはベントナイトを含み、より好ましくはベントナイトからなる。

【0098】

少なくとも1種のフィロケイ酸塩がベントナイトを含み、好ましくはベントナイトからなる場合、ベントナイトは好ましくはナトリウムベントナイト、カルシウムベントナイト、カリウムベントナイト及びそれらの混合物から選択される。

40

【0099】

ベントナイトは天然材料であることが好ましく、したがってその正確な組成、その成分の数及びそれぞれの成分の量は、通常、起源に応じて広い範囲で変化し得ることが理解される。

【0100】

例えば、ベントナイトは通常、主成分としてのモンモリロナイトのような種々の粘土鉱物のみならず、付随する鉱物として、石英、カオリン、カオリナイト、ケイソウ土、雲母、長石、黄鉄鉱、方解石、クリストバライト、パリゴルスカイト又はアタパルジャイト、バーミキュライトハイドロタルサイト、ヘクトライト、ハロイサイト、イライト、ラボナイト、セピオライト、及びそれらの混合物を含み、好ましくはこれらからなる。これらの鉱物は、他の成分と同様に、原産地に応じて様々な量で存在することができる。

50

【0101】

一実施形態によれば、ベントナイトは、モンモリロナイトから選択される粘土鉱物及び石英、雲母、カオリナイト、長石、黄鉄鉱、クリストバライト及びそれらの混合物を含む群から選択される付随する鉱物を含む。

【0102】

本発明の一実施形態では、少なくとも1種のフィロケイ酸塩は、モンモリロナイトを含むベントナイトを含み、好ましくはそれからなる。

【0103】

ベントナイトの総重量に基づいて、少なくとも50.0重量%、好ましくは少なくとも60.0重量%、例えば、60.0～95.0重量%の間のモンモリロナイト含有量を有するベントナイトが、工程c)の少なくとも1種のフィロケイ酸塩として特に適している。
10

【0104】

追加的に又は代替的に、ベントナイトは、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 Fe_2O_3 、 K_2O 、 MgO 、 Na_2O 、 TiO_2 等を含む群から選択される成分を含む。

【0105】

例えば、ベントナイトは、ベントナイトの総重量に基づいて、少なくとも50.0重量%、好ましくは50.0～95.0重量%、例えば、50.0～80.0重量%の量の SiO_2 を含む。追加的に又は代替的に、ベントナイトは、ベントナイトの総重量に基づいて、少なくとも10.0重量%、好ましくは10.0～40.0重量%、例えば、10.0～30.0重量%の量の Al_2O_3 を含む。
20

【0106】

追加的に又は代替的に、ベントナイトは、ベントナイトの総重量に基づいて、20.0重量%未満、好ましくは5.0～20.0重量%、例えば、5.0～15.0重量%の量で、 CaO 、 Fe_2O_3 、 K_2O 、 MgO 、 Na_2O 及び/又は TiO_2 を含む。例えば、ベントナイトは、ベントナイトの総重量に基づいて、10.0重量%未満、好ましくは0.5～10.0重量%、例えば、0.5～5.0重量%の量の CaO を含む。例えば、ベントナイトは、ベントナイトの総重量に基づいて、10.0重量%未満、好ましくは1.0～10.0重量%、例えば、2.5～7.5重量%の量で Fe_2O_3 を含む。例えば、ベントナイトは、ベントナイトの総重量に基づいて、10.0重量%未満、好ましくは0.5～10.0重量%、例えば、0.5～5.0重量%の量の K_2O を含む。例えば、ベントナイトは、ベントナイトの総重量に基づいて、10.0重量%未満、好ましくは0.5～10.0重量%、例えば、0.5～5.0重量%の量の MgO を含む。例えば、ベントナイトは、ベントナイトの総重量に基づいて、5.0重量%未満、好ましくは0.05～5.0重量%、例えば、0.05～2.5重量%の量の Na_2O を含む。例えば、ベントナイトは、ベントナイトの総重量に基づいて、5.0重量%未満、好ましくは0.05～5.0重量%、例えば、0.05～2.5重量%の量の TiO_2 を含む。
30

【0107】

表面処理前の鉱物材料は、乾燥粉末の標準法ISO 787/11に従って測定された、0.05g/mL～0.80g/mL、好ましくは0.07g/mL～0.60g/mL、より好ましくは0.08g/mL～0.40g/mL、最も好ましくは0.10g/mL～0.20g/mLのタップかさ密度を有する。
40

【0108】

本発明の一実施形態によれば、表面処理前の鉱物材料粒子は、1.0 μm ～300 μm の間、好ましくは1 μm ～200 μm の間、より好ましくは2 μm ～50 μm の間、さらにより好ましくは3 μm ～30 μm の間、最も好ましくは4 μm ～25 μm の間の重量メジアン粒径 d_{50} 値を有することができる。

【0109】

表面処理前の鉱物材料粒子は、500 μm 未満、好ましくは300 μm 未満、より好ましくは200 μm 未満、さらにより好ましくは50 μm 未満、最も好ましくは30 μm 未
50

満の $d_{9,8}$ を有することができる。

【0110】

本明細書で使用され、当技術分野で一般的に定義されるように、重量粒子直径「 $d_{9,8}$ 」値は、粒子質量の 98%（平均点）が特定の値に等しい直径を有する粒子によって占められるサイズとして定義される。重量粒径は沈降法により測定した。沈降法は、重力場における沈降挙動の分析である。測定はマイクロメリティクス・インストルメント社の Sedigraph（商標）5100 を用いて行う。

【0111】

表面処理前の鉱物材料粒子は、窒素及び BET 法を用いて測定して、 $1 \sim 800 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、より好ましくは $20 \sim 500 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、さらにより好ましくは $30 \sim 300 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、最も好ましくは $30 \sim 150 \text{ m}^2 / \text{g}$ の比表面積を有することができる。例えば、表面処理された鉱物材料の鉱物材料粒子は、表面処理前に、 $40 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 60 \text{ m}^2 / \text{g}$ の比表面積、例えば、 $57 \text{ m}^2 / \text{g}$ の比表面積を有する。

10

【0112】

本発明の一実施形態によれば、表面処理前の、少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料の鉱物材料粒子は、 $1.0 \mu\text{m} \sim 300 \mu\text{m}$ の間、好ましくは $1 \mu\text{m} \sim 200 \mu\text{m}$ の間、より好ましくは $2 \mu\text{m} \sim 50 \mu\text{m}$ の間、さらにより好ましくは $3 \mu\text{m} \sim 30 \mu\text{m}$ の間、最も好ましくは $4 \mu\text{m} \sim 25 \mu\text{m}$ の間の重量メジアン粒径 $d_{5,0}$ 値を有し、又は表面処理前の少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料の鉱物材料は、乾燥粉末の標準法 ISO 787/11 に従って測定された、 $0.07 \text{ g / mL} \sim 0.60 \text{ g / mL}$ 、好ましくは $0.08 \text{ g / mL} \sim 0.40 \text{ g / mL}$ 、最も好ましくは $0.10 \text{ g / mL} \sim 0.20 \text{ g / mL}$ のタップかさ密度を有し、又は表面処理前の、少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料の鉱物材料粒子は、 $1 \sim 800 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、より好ましくは $20 \sim 500 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、さらにより好ましくは $30 \sim 300 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、最も好ましくは $30 \sim 150 \text{ m}^2 / \text{g}$ の比表面積を有する。

20

【0113】

本発明の一実施形態によれば、表面処理前の、少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料の鉱物材料粒子は、 $1.0 \mu\text{m} \sim 300 \mu\text{m}$ の間、好ましくは $1 \mu\text{m} \sim 200 \mu\text{m}$ の間、より好ましくは $2 \mu\text{m} \sim 50 \mu\text{m}$ の間、さらにより好ましくは $3 \mu\text{m} \sim 30 \mu\text{m}$ の間、最も好ましくは $4 \mu\text{m} \sim 25 \mu\text{m}$ の間の重量メジアン粒径 $d_{5,0}$ 値を有し、及び表面処理前の、少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料の鉱物材料は、乾燥粉末の標準法 ISO 787/11 に従って測定された、 $0.05 \text{ g / mL} \sim 0.60 \text{ g / mL}$ 、好ましくは $0.07 \text{ g / mL} \sim 0.60 \text{ g / mL}$ 、好ましくは $0.08 \text{ g / mL} \sim 0.40 \text{ g / mL}$ 、最も好ましくは $0.10 \text{ g / mL} \sim 0.20 \text{ g / mL}$ のタップかさ密度を有し、及び表面処理前の、少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料の鉱物材料粒子は、 $1 \sim 800 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、より好ましくは $20 \sim 500 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、さらにより好ましくは $30 \sim 300 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、最も好ましくは $30 \sim 150 \text{ m}^2 / \text{g}$ の比表面積を有する。

30

【0114】

好ましい一実施形態では、本発明の表面処理された鉱物材料の鉱物材料粒子は、ハイドロマグネサイト粒子であり、表面処理前に乾燥粉末の標準法 ISO 787/11 に従って測定された、 $0.05 \text{ g / mL} \sim 0.80 \text{ g / mL}$ のタップかさ密度、 $0.1 \mu\text{m} \sim 50 \mu\text{m}$ の表面処理前の重量メジアン粒径 $d_{5,0}$ 値を有し、 $1 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 250 \text{ m}^2 / \text{g}$ の範囲の表面処理前の比表面積を有する。

40

【0115】

好ましい一実施形態では、本発明の表面処理された鉱物材料の鉱物材料粒子はゼオライト粒子であり、表面処理前に乾燥粉末の標準法 ISO 787/11 に従って測定された、 $0.05 \text{ g / mL} \sim 0.80 \text{ g / mL}$ のタップかさ密度、 $0.1 \mu\text{m} \sim 50 \mu\text{m}$ の表面処理前の重量メジアン粒径 $d_{5,0}$ 値を有し、 $1 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 250 \text{ m}^2 / \text{g}$ の範囲の表面処理前の比表面積を有する。

【0116】

50

本発明の方法に従って、鉱物材料は、鉱物材料にカチオン電荷を提供する材料によって表面処理されている。

【0117】

本発明の一実施形態によれば、少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の表面処理は、一価、二価又は三価カチオン、カチオン性ポリマー、及びそれらの混合物からなる群から選択される、鉱物材料にカチオン電荷を提供する少なくとも1種の材料を含む。

【0118】

この点について、表面処理された鉱物材料のコーティングに含まれる少なくとも1種のカチオン性ポリマーは、 1 mEq/g 及び 15 mEq/g の範囲の正電荷密度を有する任意のカチオン性ポリマーから選択することができる。好ましくは、少なくとも1種のカチオン性ポリマーは、 2.5 mEq/g 及び 12.5 mEq/g の範囲、最も好ましくは 5 mEq/g 及び 10 mEq/g の範囲の正電荷密度を有するように選択される。10

【0119】

例えば、少なくとも1種のカチオン性ポリマーは、 6 mEq/g 及び 8 mEq/g の範囲、最も好ましくは 6 mEq/g 及び 7 mEq/g の範囲の正電荷密度を有する。あるいは、少なくとも1種のカチオン性ポリマーは 7 mEq/g 及び 8 mEq/g の範囲の正電荷密度を有する。

【0120】

追加的に又は代替的に、少なくとも1種のカチオン性ポリマーは、少なくとも60%のモノマー単位がカチオン電荷を有するように選択される。好ましくは少なくとも70%の、より好ましくは少なくとも80%の、さらにより好ましくは少なくとも90%のモノマー単位がカチオン電荷を有する。本発明の好ましい一実施形態では、少なくとも1種の表面処理された鉱物材料は、ほぼ100%まで、好ましくは100%のモノマー単位がカチオン電荷を有する少なくとも1種のカチオン性ポリマーを含む。20

【0121】

好ましい一実施形態では、少なくとも1種の表面処理された鉱物材料は、 $1,000,000 \text{ g/mol}$ 未満、より好ましくは $50,000 \sim 750,000 \text{ g/mol}$ 、さらにより好ましくは $50,000 \sim 650,000 \text{ g/mol}$ 、最も好ましくは $100,000 \sim 300,000 \text{ g/mol}$ の重量平均分子量 M_w を有する少なくとも1種のカチオン性ポリマーを含む。30

【0122】

本発明の方法では、表面処理された鉱物材料は、少なくとも1種のカチオン性ポリマーのホモポリマー及び/又はコポリマーを含む表面処理によって被覆される。

【0123】

好ましい一実施形態では、少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の表面処理は、少なくとも1種のカチオン性ポリマーのホモポリマーを含む。即ち、カチオン性ポリマーは、実質的に、即ち、99.5重量%以下の、それぞれのモノマー単位からなる。

【0124】

好ましい一実施態様では、ジアリルジアルキルアンモニウム塩、三級アミン、四級化アミン、四級化イミン、アクリルアミド、メタクリルアミド、N,N-ジメチルアクリルアミド、アクリル酸、メタクリル酸、ビニルスルホン酸、ビニルピロリドン、ヒドロキシエチルアクリレート、スチレン、メチルメタクリレート及びビニルアセテートから選択されるモノマー単位のみがホモポリマー中で検出できる。40

【0125】

本発明の好ましい一実施形態では、少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の表面処理は、ジアリルジアルキルアンモニウム塩モノマーをベースとするホモポリマーを含む。好ましい一実施形態では、ジアリルジアルキルアンモニウム塩モノマーはジアリルジメチルアンモニウムクロライドである。

【0126】

本発明の別の好ましい実施形態では、少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の表面

処理は、アクリル酸モノマーをベースとするホモポリマーを含む。

【0127】

本発明の意味において、酸、例えば、アクリル酸のモノマー単位をベースとするホモポリマーであるカチオン性ポリマーは、ホモポリマーの主鎖がこのモノマーの酸分子から形成されるが、酸性基は-COOH又はCOO⁻の形ではホモポリマー中に存在せず、例えば、アルコール、例えば、エタノールでエステル化されているカチオン性ホモポリマーである。

【0128】

カチオン性ポリマーがコポリマーである場合、コポリマーは適切なコモノマーと共に重合可能なモノマーを含むことが理解される。好ましくは、本発明によるコポリマーであるカチオン性ポリマーは、ジアリルジアルキルアンモニウム塩及びメタクリル酸から選択されるモノマー単位、並びにアクリルアミド、メタクリルアミド、N,N-ジメチルアクリルアミド、アクリル酸、メタクリル酸、ビニルスルホン酸、ビニルピロリドン、ヒドロキシリエチルアクリレート、ステレン、メチルメタクリレート、ビニルアセテート及びそれらの混合物から選択されるコモノマー単位を含み、好ましくはそれらからなる。

10

【0129】

例えば、表面処理された鉱物材料の表面処理は、U.S.2009/0270543A1にくし形ポリマーとして記載されているようなカチオン性ポリマーを含むことができる。

【0130】

本発明の意味において、酸、例えば、アクリル酸のモノマー単位を含むコポリマーであるカチオン性ポリマーは、コポリマー中の酸性基の一部が-COOH又はCOO⁻では存在しないことがあるが、例えば、アルコール、例えば、エタノールでエステル化することができるカチオン性コポリマーである。好ましい実施形態によれば、酸、例えば、アクリル酸のモノマー単位を含むコポリマーは、コポリマー中の全ての酸性基が、例えば、アルコール、例えば、エタノールでエステル化されているカチオン性コポリマーである。

20

【0131】

好ましい一実施形態では、カチオン性ポリマーは、分子量2000g/molのメトキシポリエチレングリコールメタクリレート92重量%及びアクリル酸8重量%から調製され、ソーダで少なくとも部分的に中和されたコポリマーである。さらに好ましい実施形態では、カチオン性ポリマーは、分子量2000g/molのメトキシポリエチレングリコールメタクリレート92重量%及びアクリル酸8重量%から調製され、ソーダで完全に中和されたコポリマーである。

30

【0132】

ホモポリマー又はコポリマーのモノマー単位及び/又はコモノマー単位がジアリルジアルキルアンモニウム塩である場合、それらは好ましくはジアリルジメチルアンモニウムブロマイド、ジアリルジメチルアンモニウムクロライド、ジアリルジメチルアンモニウムホスフェート、ジアリルジエチルアンモニウムサルフェート、ジアリルジエチルアンモニウムブロマイド、ジアリルジエチルアンモニウムクロライド、ジアリルジエチルアンモニウムホスフェート、ジアリルジエチルアンモニウムサルフェート、ジアリルジプロピルアンモニウムブロマイド、ジアリルジプロピルアンモニウムクロライド、ジアリルジプロピルアンモニウムホスフェート及びジアリルジプロピルアンモニウムサルフェートからなる群から選択される。好ましい一実施形態では、ジアリルジアルキルアンモニウム塩モノマーはジアリルジメチルアンモニウムクロライドモノマーである。

40

【0133】

特に好ましい実施形態では、カチオン性ポリマーは、ジアリルジメチルアンモニウムクロライドをベースとするホモポリマー(ポリDADMAC)である。

【0134】

ホモポリマー又はコポリマーのモノマー単位及び/又はコモノマー単位が四級化アミンである場合、それらは好ましくはエピクロロヒドリン反応生成物、例えば、ポリアミンエピクロロヒドリンである。

50

【0135】

ホモポリマー又はコポリマーのモノマー単位及び／又はコモノマー単位が四級化イミンである場合、それらは好ましくはポリエチレンイミンである。

【0136】

好ましい一実施形態では、本発明のカチオン性ポリマーは、ジアリルジアルキルアンモニウム塩及びメタクリル酸から選択されるモノマー単位、並びにコモノマー単位としてのアクリルアミド又はアクリル酸を含むコポリマーである。

【0137】

例えば、少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の表面処理は、モノマー単位及びコモノマー単位がジアリルジアルキルアンモニウム塩及びアクリルアミドのみから誘導される少なくとも1種のカチオン性ポリマーのコポリマーを含む。好ましい一実施形態では、本発明のコポリマーであるカチオン性ポリマーは、ジアリルジメチルアンモニウムクロライド及びアクリルアミドのみから誘導できるモノマー単位及びコモノマー単位を含む。あるいは、少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の表面処理は、モノマー単位及びコモノマー単位がメタクリル酸及びアクリル酸のみから誘導できる少なくとも1種のカチオン性ポリマーのコポリマーを含む。10

【0138】

追加的に又は代替的に、少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の表面処理は、モノマー単位及びコモノマー単位がアクリル酸及びアクリルアミドのみから誘導できる、少なくとも1種のカチオン性ポリマーのコポリマーを含む。20

【0139】

さらに、コポリマーは、好ましくは2.0重量%を超える、より好ましくは5重量%を超える、さらにより好ましくは7.5重量%を超えるコモノマー含量を有することが理解される。例えば、コポリマーは、好ましくは2重量%～80重量%の間の範囲、より好ましくは5重量%～60重量%の間の範囲、最も好ましくは7.5重量%～40重量%の間の範囲のコモノマー含量を有する。重量パーセントは、コポリマーの総重量に基づく。

【0140】

好ましい一実施形態では、少なくとも1種の表面処理された鉱物材料の表面処理は、モノマー単位とコモノマー単位とのモル比が5：1～1：5、より好ましくは4：1～1：4、さらにより好ましくは3：1～1：3、最も好ましくは3：1～1：1であるコポリマーを含む。30

【0141】

好ましい一実施形態では、カチオン性ポリマーは、少なくとも2種のカチオン性ポリマーの混合物を含む。好ましくは、カチオン性ポリマーが少なくとも2種のカチオン性ポリマーの混合物を含む場合、1種のカチオン性ポリマーはジアリルジメチルアンモニウムクロライドをベースとするホモポリマーである。あるいは、カチオン性ポリマーが少なくとも2種のカチオン性ポリマーの混合物を含む場合、1種のカチオン性ポリマーはアクリル酸をベースとするホモポリマーである。

【0142】

さらに好ましい実施形態では、カチオン性ポリマーは、2種のカチオン性ポリマーの混合物を含み、一方のカチオン性ポリマーはジアリルジメチルアンモニウムクロライドをベースとするホモポリマーであり、他方はアクリル酸をベースとするホモポリマー、ジアリルジメチルアンモニウムクロライド及びアクリルアミドをベースとするコポリマー、及びメタクリル酸及びアクリル酸をベースとするコポリマーからなる群から選択される。あるいは、カチオン性ポリマーが2種のカチオン性ポリマーの混合物を含み、一方のカチオン性ポリマーはアクリル酸をベースとするホモポリマーである場合、他方は、ジアリルジメチルアンモニウムクロライド及びアクリルアミドをベースとするコポリマー、及びメタクリル酸及びアクリル酸をベースとするコポリマーから選択される。40

【0143】

10

20

30

40

50

カチオン性ポリマーが2種のカチオン性ポリマーの混合物を含む場合、ジアリルジメチルアンモニウムクロライドをベースとするホモポリマーと第2のカチオン性ポリマーとのモル比は、99:1~1:99、より好ましくは50:1~1:50、さらにより好ましくは25:1~1:25、最も好ましくは10:1~1:10である。本発明の1つの特に好ましい実施形態では、ジアリルジメチルアンモニウムクロライドをベースとするホモポリマーと第2のカチオン性ポリマーとのモル比は90:1~1:1、より好ましくは90:1~10:1、最も好ましくは90:1~50:1である。

【0144】

別の好ましい実施形態では、アクリル酸をベースとするホモポリマーと第2のカチオン性ポリマーとのモル比は、99:1~1:99、より好ましくは50:1~1:50、さらにより好ましくは25:1~1:25、最も好ましくは10:1~1:10である。本発明の1つの特に好ましい実施形態では、アクリル酸をベースとするホモポリマーと第2のカチオン性ポリマーとのモル比は、90:1~1:1、より好ましくは90:1~10:1、最も好ましくは90:1~50:1である。

10

【0145】

少なくとも1種の一価、二価又は三価のカチオンは、1つ、2つ又は3つの正電荷を含む任意のカチオンであることができる。カチオンは、無機又は有機であることができるが、好ましくは無機である。本発明の好ましい実施形態によれば、一価、二価又は三価のカチオンは、 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Mn^{2+} 、 Zn^{2+} 及びそれらの混合物から選択される。
。

20

【0146】

本発明の一実施形態によれば、鉱物材料の利用可能な表面積の少なくとも0.1%、好ましくは0.2%~50%の間、より好ましくは0.5%~30%の間、さらにより好ましくは0.7%~20%の間、最も好ましくは1.0%~10%の間が、鉱物材料にカチオン電荷を提供する少なくとも1種の材料によって表面処理されている。

【0147】

本発明の一実施形態によれば、鉱物材料の利用可能な表面積の少なくとも0.1%、好ましくは0.2%~50%の間、より好ましくは0.5%~30%の間、さらにより好ましくは0.7%~20%の間、最も好ましくは1.0%~10%の間が、少なくとも1種のカチオン性ポリマーによって表面処理されている。

30

【0148】

本発明の一実施形態によれば、鉱物材料の利用可能な表面積の少なくとも0.1%、好ましくは0.2%~50%の間、より好ましくは0.5%~30%の間、さらにより好ましくは0.7%~20%の間、最も好ましくは1.0%~10%の間が、少なくとも1種の一価、二価又は三価のカチオンによって表面処理されている。

【0149】

一実施形態によれば、表面処理は、少なくとも1種のカチオン性ポリマーのみからなり、例えば表面処理はポリDADMACのみからなる。表面処理が少なくとも1種のカチオン性ポリマーのみからなる場合、鉱物材料の利用可能な表面積の少なくとも0.1%、好ましくは0.2%~50%の間、より好ましくは0.5%~30%の間、さらにより好ましくは0.7%~20%の間、最も好ましくは1.0%~10%の間が、ポリDM DMAによって表面処理されている。

40

【0150】

一実施形態によれば、表面処理は、一価、二価又は三価カチオンのみからなり、例えば、表面処理は Fe^{3+} イオンのみからなる。表面処理が一価、二価又は三価のカチオンのみからなる場合、鉱物材料の利用可能な表面積の少なくとも0.1%、好ましくは0.2%~50%の間、より好ましくは0.5%~30%の間、さらにより好ましくは0.7%~20%の間、最も好ましくは1.0%~10%の間が、 Fe^{3+} イオンによって表面処理されている。

【0151】

50

一実施形態によれば、表面処理は、少なくとも1種のカチオン性ポリマー及び一価、二価又は三価のカチオンのみからなり、例えば、表面処理はポリDADMAC及び Fe^{3+} イオンのみからなる。

【0152】

好みの一実施形態では、少なくとも1種のカチオン性ポリマーは、50g/100mLの水、を超過する、好みくは75g/100mLの水、を超過する、さらに好みくは100g/100mLの水、を超過する、最も好みくは150g/100mLの水、を超過する、水に対する溶解度を有する。1つの特に好みの態様では、少なくとも1種のカチオン性ポリマーは水に易溶性である。

【0153】

好みの一実施形態では、一価、二価又は三価のカチオンは、50g/100mLの水、を超過する、好みくは75g/100mLの水、を超過する、さらに好みくは100g/100mLの水、を超過する、最も好みくは150g/100mLの水、を超過する、水に対する溶解度を有する。1つの特に好みの態様では、一価、二価又は三価の陽イオンは水に易溶性である。

【0154】

好みくは、本発明の方法で使用される表面処理された鉱物材料は、処理されるべき汚泥及び/又は沈殿物と接触させる前に、好みくはスラリーの形態の鉱物材料と、好みくは懸濁液の形態の、鉱物材料にカチオン電荷を提供する材料とを混合することによって調製される。混合は、当業者に既知の任意の従来の手段によって達成することができる。

【0155】

表面処理された鉱物材料は、好みくは粒状材料の形態であり、汚染水の処理に関与する材料(複数可)に従来から用いられているような粒度分布を有することができる。表面処理された鉱物材料は、乾燥粉末の標準法ISO 787/11に従って測定された、0.05g/mL~0.80g/mL、好みくは0.07g/mL~0.60g/mL、より好みくは0.08g/mL~0.40g/mL、最も好みくは0.10g/mL~0.20g/mLのタップかさ密度を有することができる。

【0156】

表面処理された鉱物材料粒子は、1.0μm~300μmの間、好みくは1μm~200μmの間、より好みくは2μm~50μmの間、さらにより好みくは3μm~30μmの間、最も好みくは4μm~25μmの間の重量メジアン粒径 d_{50} 値を有することができる。

【0157】

表面処理された鉱物材料粒子は、500μm未満、好みくは300μm未満、より好みくは200μm未満、さらにより好みくは50μm未満、最も好みくは30μm未満の d_{98} を有することができる。

【0158】

表面処理された鉱物材料粒子は、1~800m²/g、より好みくは20~500m²/g、さらにより好みくは30~300m²/g、最も好みくは30~150m²/gの比表面積を有することができる。

【0159】

好みの一実施形態では、表面処理された鉱物材料は、ポリDADMACで表面処理されたハイドロマグネサイトである。表面処理された鉱物材料は、乾燥粉末の標準法ISO 787/11に従って測定された、0.05g/mL~0.80g/mLのタップかさ密度、0.1μm~50μmの重量メジアン粒径 d_{50} 値を有することができ、1m²/g~250m²/gの範囲内の比表面積を有することができる。好みくは、ポリDADMACで表面処理されたハイドロマグネサイト粒子は、乾燥粉末の、0.10g/mL~0.20g/mLのタップかさ密度、6μm~40μmの重量メジアン粒径 d_{50} 値及び30m²/g~100m²/gの範囲内の比表面積を有する。例えば、ポリDADMACで表面処理されたハイドロマグネサイト粒子は、乾燥粉末の0.15g/mLのタップかさ密度を有する。

10

20

30

40

50

密度、 $8.4 \mu\text{m}$ の重量メジアン粒径 d_{50} 値及びコーティング前の $57\text{m}^2/\text{g}$ の比表面積を有する。

【0160】

別の好ましい実施形態によれば、表面処理された鉱物材料はポリDADMACで表面処理されたゼオライト、好ましくは斜ブチロル沸石である。表面処理された鉱物材料は、乾燥粉末の標準法ISO787/11に従って測定された、 $0.05\text{g/mL} \sim 0.80\text{g/mL}$ のタップかさ密度、 $0.1\mu\text{m} \sim 50\mu\text{m}$ の重量メジアン粒径 d_{50} 値を有することができ、 $1\text{m}^2/\text{g} \sim 250\text{m}^2/\text{g}$ の範囲内の比表面積を有することができる。好ましくは、ポリDADMACで表面処理されたゼオライト粒子は、乾燥粉末の $0.07\text{g/mL} \sim 0.60\text{g/mL}$ のタップかさ密度、 $6\mu\text{m} \sim 40\mu\text{m}$ の重量メジアン粒径 d_{50} 値及び $30\text{m}^2/\text{g} \sim 300\text{m}^2/\text{g}$ の範囲内の比表面積を有する。例えば、ポリDADMACで表面処理されたゼオライト粒子は、乾燥粉末の 0.41g/mL のタップかさ密度、 $12\mu\text{m}$ の重量メジアン粒径 d_{50} 値及びコーティング前の $30\text{m}^2/\text{g} \sim 300\text{m}^2/\text{g}$ の比表面積を有する。10

【0161】

別の好ましい実施形態によれば、表面処理された鉱物材料は塩化鉄(III)で表面処理されたゼオライト、好ましくは斜ブチロル沸石である。表面処理された鉱物材料は、乾燥粉末の標準法ISO787/11に従って測定された、 $0.05\text{g/mL} \sim 0.80\text{g/mL}$ のタップかさ密度、 $0.1\mu\text{m} \sim 50\mu\text{m}$ の重量メジアン粒径 d_{50} 値を有することができ、 $1\text{m}^2/\text{g} \sim 250\text{m}^2/\text{g}$ の範囲内の比表面積を有することができる。好ましくは、塩化鉄(III)で表面処理されたゼオライト粒子は、乾燥粉末の $0.07\text{g/mL} \sim 0.60\text{g/mL}$ のタップかさ密度、 $6\mu\text{m} \sim 40\mu\text{m}$ の重量メジアン粒径 d_{50} 値及び $30\text{m}^2/\text{g} \sim 300\text{m}^2/\text{g}$ の範囲内の比表面積を有する。例えば、塩化鉄(III)で表面処理されたゼオライト粒子は、乾燥粉末の 0.41g/mL のタップかさ密度、 $12\mu\text{m}$ の重量メジアン粒径 d_{50} 値及びコーティング前の $30\text{m}^2/\text{g} \sim 300\text{m}^2/\text{g}$ の比表面積を有する。20

【0162】

本発明の方法で使用されるべき表面処理された鉱物材料は、任意の適切な形態、例えば、顆粒及び／若しくは粉末の形態で、又はケーキの形態で存在することができる。例えば、本発明の方法で使用されるべき表面処理された鉱物材料は、粉末形態及び／又は顆粒形態である。好ましい実施形態によれば、本発明の方法で使用されるべき表面処理された鉱物材料は、水性懸濁液として、例えば、搬送スクリューで計量できるスラリー又はペーストの形態で存在することができる。表面処理後、スラリーをさらに浄化することなく直接使用することができる。30

【0163】

本発明の一実施形態によれば、分散剤が、表面処理された鉱物材料に添加される。分散剤は、当業者に既知の任意の分散剤であることができる。例えば、分散剤は、アニオン性に帯電した「くし型ポリマー」であることができる。「アニオン性に帯電したくし型ポリマー」という用語は、主鎖(バックボーンとも呼ばれ、炭酸基及び／又は他の酸性基が遊離酸又はその塩の形態、即ち、カルボン酸イオンの形態で結合している)及びポリアルキレンオキシドを含む側鎖から形成され、任意に炭化水素鎖でエンドキャップされている櫛の形状のポリマーを指す。ポリアルキレンオキシド側鎖は、エステル結合、アミド結合又はエーテル結合を介して主鎖に結合することができる。炭酸基及びポリアルキレンオキシド側鎖に加えて、さらなる官能基又は非官能基、例えば、正に帯電した官能基、例えば、第四級アンモニウム基を主鎖に結合することができる。考えられる分散剤は、U.S.2009/0199741A1、U.S.6,387,176B1、EP1136508A1、EP1138697A1、EP1189955A1、EP0736553A1及びEP2641941A1に開示されている。本発明で使用することができるアニオン性に帯電した櫛型ポリマーの例は、BASF(ドイツ、トロストベルグ)から入手可能なMELFLUX^(R)又はMelpers^(R)シリーズ、例えば、Melpers^(R) 2450、40

コアテックス L L C (サウスカロライナ州、チェスター) から入手可能な E T H A C R Y L ([®]) M 分散剤、花王・スペシャリティーズ・アメリカズ L L C (Kao S p e c i a l t i e s A m e r i c a s , L L C) (ノースカロライナ州、ハイ・ポイント) から入手可能な M I G H T Y E G ([®]) 分散剤のポリマーである。本発明の例示的な実施形態では、コアテックスから入手可能な E T H A C R Y L ([®]) M 分散剤を分散剤として添加する。分散剤は、鉱物材料又は表面処理された鉱物材料の乾燥重量に基づいて、0 . 0 1 重量 % ~ 1 0 重量 % の量で、好ましくは 0 . 1 重量 % ~ 5 重量 % の量で、最も好ましくは鉱物材料又は表面処理された鉱物材料の乾燥重量に基づいて 1 重量 % ~ 3 重量 % の量で、鉱物材料又は表面処理された鉱物材料に添加することができる。例えば、分散剤は、鉱物材料の乾燥重量に基づいて 1 . 8 重量 % の量で鉱物材料に添加される。

10

【 0 1 6 4 】

本発明の意味における「スラリー」又は「懸濁液」は、溶解しない固体物、即ち、表面処理された鉱物材料及び水及び任意にさらなる添加剤を含む。例えば、懸濁液は、表面処理された鉱物材料、水及び追加の分散剤、例えば、ポリアクリレートを含むことができる。本発明の別の好ましい実施形態では、懸濁液は追加の分散剤、例えば、ポリアクリレートを含まない。懸濁液は、通常、大量の固体物を含み、それらが形成される液体より粘稠であり、一般により高い密度を有する。「分散体」という一般的な用語は、とりわけ、特定の種類の分散体としての「懸濁液」又は「スラリー」を包含することは当業界で認められている。

20

【 0 1 6 5 】

好ましい一実施形態では、本発明の方法で使用されるべき表面処理された鉱物材料は、スラリーが、スラリーの総重量に基づいて、1 重量 % ~ 8 0 重量 % 、より好ましくは 3 重量 % ~ 6 0 重量 % 、さらにより好ましくは 5 重量 % ~ 4 0 重量 % 、最も好ましくは 8 重量 % ~ 2 0 重量 % の範囲内の表面処理された鉱物材料の含有量を有するように、水中に懸濁される。例えば、本発明の方法で使用されるべき表面処理された鉱物材料は、スラリーが 1 0 重量 % の表面処理された鉱物材料の含有量を有するように、水中に懸濁される。

【 0 1 6 6 】

<汚泥及び / 又は沈殿物を少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料と接触させる工程 c) >

本発明の方法の工程 c) によれば、表面処理された鉱物材料と不純物とを含む複合材料を得るために、工程 a) で提供された脱水されるべき汚泥及び / 又は沈殿物を、工程 b) の少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料と接触させる。

30

【 0 1 6 7 】

一般に、脱水されるべき汚泥及び / 又は沈殿物及び表面処理された鉱物材料は、当業者に既知の任意の従来の手段によって接触させることができる。

【 0 1 6 8 】

例えば、脱水されるべき汚泥及び / 又は沈殿物を、表面処理前の鉱物材料が、乾燥粉末の標準法 I S O 7 8 7 / 1 1 に従って測定された 0 . 0 5 g / m L ~ 0 . 8 0 g / m L というタップかさ密度を有し、鉱物材料が鉱物材料にカチオン電荷を提供する材料で表面処理されている少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料と接触させる工程は、好ましくは、汚泥及び / 又は沈殿物の表面が少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料で少なくとも部分的に覆われるように行われる。追加的に又は代替的に、脱水されるべき汚泥及び / 又は沈殿物を少なくとも 1 種の表面処理された鉱物材料と接触させる工程は、好ましくは、工程 a) の汚染された汚泥及び / 又は沈殿物が、工程 b) の表面処理された鉱物材料と混合されるように行われる。当業者、必要性及び利用可能な設備に応じて混合条件（混合速度の構成等）を適合させる。

40

【 0 1 6 9 】

好ましくは、表面処理された鉱物材料は、処理されるべき汚泥及び / 又は沈殿物中に、例えば、攪拌手段によって懸濁される。

【 0 1 7 0 】

50

脱水されるべき汚泥及び／又は沈殿物と少なくとも1種の表面処理された鉱物材料との接触を行うための処理時間は、数秒から数分の範囲の時間、例えば、20秒以上、好ましくは30秒以上、より好ましくは60秒以上、最も好ましくは120秒以上で行われる。一般に、脱水されるべき汚泥及び／又は沈殿物を少なくとも1種の表面処理された鉱物材料と接触させる長さは、汚泥及び／又は沈殿物の汚染の程度及び処理されるべき特定の汚泥及び／又は沈殿物によって決定される。

【0171】

本方法による表面処理された鉱物材料の量は、処理されるべき汚泥及び／又は沈殿物において十分であるように、即ち、汚染された汚泥及び／又は沈殿物中に存在する少なくとも1種の無機不純物に対して効率的な結合活性を提供するのに十分高いが、同時に処理されるべき水及び／又は汚泥及び／又は沈殿物中に相当量の結合していない表面処理された鉱物材料が観察されないであろうように選択されることが理解される。

10

【0172】

表面処理された鉱物材料の量は、処理されるべき汚泥及び／又は沈殿物の種類並びに不純物の種類及び量に依存する。好ましくは、処理されるべき水及び／又は汚泥及び／又は沈殿物の総重量に基づいて、10 ppm～1重量%、より好ましくは100 ppm～0.2重量%及び最も好ましくは100 ppm～1000 ppmの量の表面処理された鉱物材料が添加される。

【0173】

表面処理された鉱物材料は、水性懸濁液、即ち、上記の懸濁液として添加することができる。あるいは、それは脱水されるべき汚泥及び／又は沈殿物に、任意の適切な固体形態、例えば、顆粒又は粉末の形態又はケーキの形態で添加することができる。

20

【0174】

<工程c)の複合材料を含む汚泥及び／又は沈殿物から水を除去する工程d)>

本発明の工程d)によれば、工程c)の複合材料を含む汚泥及び／又は沈殿物から水が除去される。

【0175】

本発明の一実施形態によれば、工程d)は、濾過、沈降及び／又は遠心分離によって、好ましくは濾過によって実施される。

30

【0176】

接触／凝集が完了した後、少なくとも1種の表面処理された鉱物材料と不純物との凝集した複合材料は、当業者に既知の従来の分離手段、例えば、濾過、沈降及び／又は遠心分離、好ましくは濾過によって除去することができる。

【0177】

例えば、濾過は、濾紙、例えば、12～25 μmの細孔径を有するワットマン濾紙589/1(90mm)を用いて行うことができる。濾過は、25 °Cの温度及び正確に100 kPaの絶対圧力を意味するS A T P 条件下で行うことができる。あるいは、濾過は、例えば、ダイヤフラムポンプ又はウォータージェット真空ポンプで提供される真空下で行うことができる。考えられるダイヤフラムポンプは2.4 m³ / 時の吸引能力を有するV a c u u b r a n d Type M Z 2 C から入手できる。

40

【0178】

あるいは、大きな袋で濾過を行ってもよい。大きな袋は、可撓性布地、例えば、厚い織りポリエチレン又はポリプロピレンで作られた工業用容器である。考えられる大きな袋は、例えば、ヒュースカー(Huesker)から市販されており、200 μmのメッシュサイズを有するジオテキスタイル袋(Soil Train®)、Type PP 105/105 DWである。袋は、直径1m、おそらく10メートルの長さのハウス(この袋に汚泥を効率的に送るために工業用ポンプを必要とする)の形態であることができる。

【0179】

一実施形態によれば、濾過はバッチ式又は連続式で実施することができる。例えば、懸濁液は1回又はそれ以上の時間、例えば、2回、3回又は4回濾過することができる。懸

50

濁液は、新しいフィルターを用いて毎回濾過されてもよいし、又は既に濾過された複合材料を含む同じフィルターで毎回濾過されてもよい。あるいは、懸濁液は連続式で1~3000秒間、例えば、1~5000秒、好ましくは60~2500秒、最も好ましくは600~1000秒の期間濾過されてもよい。

【0180】

本発明者らは、驚くべきことに、本発明の方法が水性汚泥及び／又は沈殿物の固形分を増加させるのに効果的であり得ることを見出した。本発明者らは、驚くべきことに、そのような懸濁液の濾過中のフィルター及び／又は大きな袋の閉塞又は目詰まりが低減又は防止され、したがって得られるフィルターケーキ中の含水量が比較的少なく、燃焼時のエネルギー消費が劇的に低下し、したがってエネルギーコストが削減されることを見出した。10

【0181】

産業廃水、飲料水、都市廃水、港湾汚泥、河川汚泥、沿岸汚泥又は消化汚泥、醸造所又は他の飲料産業からの廃水又は処理水、製紙産業、着色料産業、塗料産業又はコーティング産業の廃水又は処理水、農業廃水、食肉処理場廃水、皮革産業廃水及び皮革なめし産業のような異なる産業に由来する汚泥及び／又は沈殿物の脱水に施用することができる。

【0182】

上で定義した水性汚泥及び／又は沈殿物の固形分を増加させる本発明の方法の非常に良好な結果を考慮して、本発明のさらなる態様は、汚泥及び／又は沈殿物の固形分を増加させるための表面処理された鉱物材料の使用であって、表面処理前の鉱物材料が、乾燥粉末の標準法ISO 787/11に従って測定された0.05g/mL~0.80g/mLのタップかさ密度を有し、鉱物材料が鉱物材料にカチオン電荷を提供する材料で表面処理されている使用である。20

【0183】

本発明の別の態様によれば、本発明による方法によって得ることができる、表面処理された鉱物材料と不純物とを含む複合材料が開示される。

【0184】

本発明の一実施形態によれば、複合材料は、汚泥及び／又は沈殿物からの濾過後かつ乾燥前の複合材料の総重量に基づいて、90重量%未満、好ましくは80重量%未満、より好ましくは60重量%未満、さらにより好ましくは50重量%未満、最も好ましくは30重量%未満の含水量を有する。この場合の濾過は、12~25μmの細孔径を有するワットマン濾紙589/1(90mm)を用いて行われる。濾過は、2.4m³/時の吸引能力を有するVacubrand Type MZ 2Cからのダイヤフラムポンプで提供される真空下で行われる。30

【0185】

<方法の任意の工程>

本発明の一実施形態では、本方法は、工程a)の脱水されるべき汚泥及び／又は沈殿物を少なくとも1種のポリマー凝集助剤と接触させる工程e)をさらに含む。

【0186】

当該技術分野で既知の任意のポリマー凝集助剤を本発明の方法において使用することができる。好ましいポリマー凝集助剤の例には、ポリアクリルアミド；又はポリアクリレート、ポリ(ジアリルジメチルアンモニウムクロライド)、ポリエチレンイミン、ポリアミン又はこれらの混合物をベースとする高分子電解質；及び天然ポリマー、例えば、デンプン又は天然の変性ポリマー、例えば、変性された炭水化物が挙げられる。40

【0187】

好ましい実施形態では、ポリマー凝集助剤はポリアクリルアミドではない。

【0188】

好ましくは、ポリマー凝集助剤は、少なくとも100,000g/molの重量平均分子量を有する。好ましい実施形態では、ポリマー凝集助剤は、100,000~10,000,000g/molの範囲、好ましくは300,000~5,000,000g/molの範囲、より好ましくは300,000~1,000,000g/molの範囲、最も好まし50

くは 300,000 ~ 800,000 g / モルの範囲の重量平均分子量 M_w を有する。

【0189】

ポリマー凝集助剤は、イオン性又は非イオン性であることができる。好ましくは、ポリマー凝集助剤はイオン性、即ち、アニオン性ポリマー凝集助剤又はカチオン性ポリマー凝集助剤である。

【0190】

本発明の文脈においてで、「カチオン性」という用語は、正の全体電荷を有する任意のポリマーを指す。したがって、正の全体電荷を与え、かつ凝集助剤としてのその使用を可能にするのに十分なカチオン性モノマー単位が依然として存在する限り、いくつかのアニオン性モノマー単位の存在は排除されない。さらに、「カチオン性ポリマー凝集助剤」という用語は、処理されるべき水に添加するとカチオン性になる官能基、例えば、酸性水中でアンモニウム基になるアミン基を有するモノマー単位を有するそれらのポリマーも含む。

【0191】

「アニオン性」という用語は、負の全体電荷を有する任意のポリマーを指す。したがって、負の全体電荷を与え、かつ凝集助剤としてのその使用を可能にするのに十分なアニオノン性モノマー単位が依然として存在する限り、いくつかのカチオン性モノマー単位の存在は排除されない。さらに、「アニオン性ポリマー凝集助剤」という用語は、処理されるべき水に添加するとアニオン性になる官能基、例えば、スルホン酸基になる酸性基を有するモノマー単位を有するそれらのポリマーも含む。

【0192】

本発明の好ましいポリマー凝集助剤は、ポリアクリルアミドである。当業者に知られている適切な修飾によって、ポリアクリルアミドは、カチオン性ポリマー凝集助剤及びアニオノン性ポリマー凝集助剤として使用することができる。

【0193】

好ましくは、ポリアクリルアミドは、アクリルアミドから誘導されるモノマー単位を少なくとも 50 モル%、より好ましくは少なくとも 60 モル%、さらにより好ましくは少なくとも 75 モル% 含む。

【0194】

アニオノン性ポリアクリルアミド、即ち、負の全体電荷を有するポリアクリルアミドは、例えば、(メタ)アクリル酸から誘導される適切なコモノマー単位を導入することによって得ることができる。

【0195】

カチオン性ポリアクリルアミド、即ち、正の全体電荷を有するポリアクリルアミドは、例えば、ハロゲン化アルキルによって四級化可能なアミノアルキル(メタ)アクリレート、例えば、ジメチルアミノメチル(メタ)アクリレート、ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、ジエチルアミノメチル(メタ)アクリレート、ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート又はジエチルアミノプロピル(メタ)アクリレートから誘導される適切なコモノマー単位を導入することによって得ることができる。

【0196】

別の好ましい実施形態では、ポリアクリレートは、本発明の方法において好ましいポリマー凝集助剤として使用される。好ましくは、ポリアクリレートは、カチオン性ポリマー凝集助剤として使用される。より具体的には、カチオン性ポリマー凝集助剤として使用されるポリアクリレートは、アクリルアミドを含まない。例示的な実施形態では、ポリマー凝集助剤は、市販の凝集助剤 N erol an AG 580 (ドイツ、ネロラン・ヴァッサー・テクニク有限会社から市販されている) からなる。N erol an AG 580 は、アクリルアミドを含まないポリアクリレートを代表する。

【0197】

好ましくは、ポリアクリレートは、ハロゲン化アルキルによって四級化可能なアミノア

10

20

30

40

50

ルキル(メタ)アクリレート、例えば、ジメチルアミノメチル(メタ)アクリレート、ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、ジエチルアミノメチル(メタ)アクリレート、ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート又はジエチルアミノプロピル(メタ)アクリレートから誘導されるモノマー単位を少なくとも50モル%、より好ましくは少なくとも60モル%、さらにより好ましくは少なくとも75モル%含む。

【0198】

あるいは、ポリマー凝集助剤は、U.S.2009/0270543A1においてくし型ポリマーとして記載されているポリマーであることができる。

【0199】

好ましい一実施形態では、ポリマー凝集助剤は、2,000g/molの分子量のメトキシポリエチレングリコールメタクリレート92重量%及びアクリル酸8重量%から調製され、ソーダで少なくとも部分的に中和されたコポリマーである。さらに好ましい実施形態では、ポリマー凝集助剤は、2,000g/molの分子量のメトキシポリエチレングリコールメタクリレート92重量%及びアクリル酸8重量%から調製され、ソーダで完全に中和されたコポリマーである。

【0200】

本発明の一実施形態によれば、接触工程c)は、工程b)の少なくとも1種の表面処理された鉱物材料及び工程e)の少なくとも1種のポリマー凝集助剤を、工程a)の汚泥及び/又は沈殿物に、少なくとも1種の表面処理鉱物材料：少なくとも1種のポリマー凝集助剤の重量比95:5~5:95、より好ましくは80:20~20:80、さらにより好ましくは60:40~40:60で添加することによって行うことができる。

10

20

30

40

50

【0201】

脱水されるべき汚泥及び/又は沈殿物を少なくとも1種の表面処理された鉱物材料及びポリマー凝集助剤と接触させる工程は、好ましくは、汚泥及び/又は沈殿物の表面が、同時に又は別個に、少なくとも1種の表面処理された鉱物材料及びポリマー凝集助剤で少なくとも部分的に覆われるように行われる。追加的に又は代替的に、脱水されるべき汚泥及び/又は沈殿物を少なくとも1種の表面処理された鉱物材料及びポリマー凝集助剤と接触させる工程は、好ましくは、汚泥及び/又は沈殿物が、同時に又は別々に、表面処理された鉱物材料及びポリマー凝集助剤と混合されるように行われる。当業者は、必要性及び利用可能な設備に応じて混合条件(混合速度の構成等)を適合させるであろう。

【0202】

好ましくは、表面処理された鉱物材料及び/又はポリマー凝集助剤は、処理されるべき汚泥及び/又は沈殿物中に、例えば、攪拌手段によって懸濁される。

【0203】

脱水されるべき汚泥及び/又は沈殿物と少なくとも1種の表面処理された鉱物材料及びポリマー凝集助剤との接触を行うための処理時間は、数秒から数分の範囲の時間、例えば、30秒以上、好ましくは60秒以上、より好ましくは90秒以上、最も好ましくは180秒以上の期間で行われる。一般に、処理されるべき水及び/又は汚泥及び/又は沈殿物を少なくとも1種の表面処理された鉱物材料及びポリマー凝集助剤と接触させる長さは、水の汚染度及び処理されるべき特定の水及び/又は汚泥及び/又は沈殿物によって決定される。

【0204】

本発明の好ましい実施形態では、方法の工程d)は1回以上繰り返される。

【0205】

本方法による表面処理された鉱物材料の量は、処理されるべき汚泥及び/又は沈殿物において十分であるように、即ち、汚染された汚泥及び/又は沈殿物中に存在する少なくとも1種の無機不純物に対して効率的な結合活性を提供するのに十分高いが、同時に処理されるべき汚泥及び/又は沈殿物中に相当量の結合していない表面処理された鉱物材料が観察されないように選択されることが理解されるべきである。

【0206】

表面処理された鉱物材料及びポリマー凝集助剤の量は、処理されるべき汚泥及び／又は沈殿物の種類並びに不純物の種類及び量に依存する。好ましくは、処理されるべき水及び／又は汚泥及び／又は沈殿物の総重量に基づいて、10 ppm～1重量%、より好ましくは100 ppm～0.2重量%及び最も好ましくは100 ppm～500 ppmの量の表面処理された鉱物材料が添加される。好ましくは、処理されるべき水及び／又は汚泥及び／又は沈殿物の総重量に基づいて、1 ppm～1重量%、より好ましくは5 ppm～100 ppmの量のポリマー凝集助剤が添加される。

【0207】

ポリマー凝集助剤は、水性懸濁液又は水溶液として添加することができる。あるいは、それは、浄化されるべき水及び／又は脱水されるべき汚泥及び／又は沈殿物に任意の適切な固体形態、例えば、粉末の形態で添加することができる。10

【0208】

ポリマー凝集助剤が使用される場合、本発明による方法によって得ることができる、表面処理された鉱物材料、ポリマー凝集助剤及び不純物、を含む複合材料が開示される。

【0209】

本発明の一実施形態では、本方法は、工程d)の前、好ましくは工程c)の後にアニオン性ポリマーを添加する工程をさらに含む。

【0210】

本発明の意味における「アニオン性ポリマー」という用語は、負の全体電荷を提供する任意のポリマーを指す。したがって、負の全体電荷を提供するのに充分なアニオン性モノマー単位が依然として存在する限り、カチオン性モノマー単位の存在は排除されない。炭酸カルシウム含有鉱物材料に結合したとき又はコーティングしたときに、全体的に負の電荷を与える両性ポリマーについても同様である。20

【0211】

この点について、少なくとも1種のアニオン性ポリマーは、1 μEq/g（負電荷）～15000 μEq/g（負電荷）の範囲の負の全体電荷密度を有する任意のアニオン性ポリマーから選択することができる。好ましくは、少なくとも1種のアニオン性ポリマーは、それが1000 μEq/g（負電荷）～10000 μEq/g（負電荷）の範囲、最も好ましくは2000 μEq/g（負電荷）～8000 μEq/g（負電荷）の範囲の負の全体電荷密度を有するように選択される。30

【0212】

本発明の一実施形態では、少なくとも1種のアニオン性ポリマーは、少なくとも50000 g/mol、好ましくは50000 g/mol～100000 g/mol未満、より好ましくは70000～75000 g/mol、さらにより好ましくは90000～65000 g/mol、最も好ましくは100000～300000 g/molの重量平均分子量M_wを有する。

【0213】

本発明の一実施形態によれば、アニオン性ポリマーはホモポリマー及び／又はコポリマーである。40

【0214】

使用することができるアニオン性ポリマーは、EP0441037又は未公開出願EP15159304に記載されている。

【0215】

任意に、さらなる添加剤を処理されるべき水及び／又は汚泥及び／又は沈殿物に添加することができる。これらの添加剤は、pH調整剤及び従来の凝集剤、例えば、ポリ塩化アルミニウム、塩化鉄又は硫酸アルミニウムを含むことができる。しかし、好ましい実施形態では、本発明の水浄化方法及び／又は汚泥及び／又は沈殿物の脱水方法は、追加の従来の無機凝集助剤、例えば、ポリ塩化アルミニウム、塩化鉄又は硫酸アルミニウムを使用しない。

10

20

30

40

50

【0216】

表面処理された鉱物材料、ポリマー凝集助剤及びその好ましい実施形態の定義に関して、本発明の方法の技術的詳細を論じる際に、上記で提供された記述を参照する。

【0217】

以下の実施例は、本発明をさらに説明することができるが、例示された実施形態に本発明を限定することを意図するものではない。

【実施例】

【0218】

本発明の範囲及び利点は、本発明の実施形態を説明することを意図した以下の実施例に基づいてより深く理解することができる。しかし、それらは特許請求の範囲を如何なる形でも限定するものと解釈されるべきではない。10

【0219】

<測定方法>

以下の測定方法を用いて、実施例及び請求項に示したパラメータを評価した。

【0220】

<ISO 787/11による鉱物材料のタップかさ密度>

乾燥した鉱物材料粉末 $100\text{ g} \pm 0.5\text{ g}$ を、パワー漏斗を用いて 250 mL ガラスメスシリンダー(2 mL の目盛り線)に振り混ぜるか、又はふるいにかける。サンプルの表面があおよそ水平になるまでシリンダーを優しく叩く。次いで、シリンダーをタッピング容積計(Jolting volumeter STAV II、エンゲルスマント(Engelsmann))のホルダーに入れ、最後の2回の測定値の差が 2 mL 未満になるまで1250回の工程で叩く。最終値は、最も近い 1 mL から読み取る。20

【0221】

タップ密度[g/mL]を、加重サンプル[g] / タップ体積[mL]として評価する。25

【0222】

<粒状材料の粒度分布(直径 $<\text{X}$ を有する粒子の質量%)及び重量メジアン直径(d_{50})>

粒子材料の重量メジアン粒径及び粒径質量分布を、沈降法、即ち、重力場における沈降挙動の分析によって決定した。測定はSedigraph(商標)5100を用いて行った。30

【0223】

この方法及び装置は当業者に知られており、充填剤及び顔料の粒度を決定するために一般に使用される。 0.1 重量% $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ の水溶液中で測定を行った。サンプルを高速攪拌機及び超音波を用いて分散させた。

【0224】

<材料のBET比表面積>

BET比表面積は、 250°C で30分間加熱することによりサンプルを調整した後に、窒素を用いたISO 9277に従ったBET法により測定した。そのような測定の前に、サンプルを濾過し、すすぎ、オープン中 110°C で少なくとも12時間乾燥させた。40

【0225】

<pH測定>

水サンプルのpHは、約 2.5 で標準pHメータを用いて測定する。

【0226】

<電荷密度>

粒子電荷検出器(PCD)を用いてポリマー及び表面処理された鉱物材料の電荷密度を測定した。使用した粒子電荷検出器は、PCD-03又はPCD-05のいずれかであり、どちらも測定セルタイプ1($10\text{~}30\text{ mL}$)のミュテック(Mutek)から入手できる。

【0227】

10

20

30

40

50

サンプルの電荷密度の測定は、セル内のサンプルと脱塩水 10.0 g に重みを負荷して行った。セル内の電極は液体で覆われていなければならない。

【0228】

ピストンをゆっくりと測定セルに挿入し、測定を開始した。

【0229】

サンプルを 2.5 mmol/L のポリビニル硫酸カリウム溶液で滴定した。溶液は、容量フラスコ (500 ml) 中のポリビニル硫酸カリウム塩 0.234 g に重みをかけ、それを約 250 ml の脱イオン水に溶解することによって調製した。500 μl のホルムアルデヒド溶液 37 % 及び 100 μl のベンジルアルコール 99 % を加え、溶液を 500 ml まで脱イオン水で満たした。

10

【0230】

2.5 mmol/L のポリビニル硫酸カリウム溶液の滴定溶液係数 (f) は、10.0 ml の脱塩水を 1000 ml のポリ-DADMAC 2.5 mmol/L 溶液で滴定することによって決定した。係数 f を、以下の等式によって計算した。

$$\text{係数 } (f) = \frac{\text{理論容量 (ml)}}{\text{使用した容量 (ml)}}$$

【0231】

滴定したサンプルの電荷密度を、以下の式によって計算した。

電荷密度 =

$$\frac{\text{滴定剤消費量 (ml)} * 2.5 (\mu\text{mol/ml}) * \text{係数 } f}{\text{乾燥したサンプルのサンプル重量 (g)}}$$

20

【0232】

<懸濁液中の材料の重量 固形分 (重量%) 又は 固形分 >

固体物の重量を、固体物材料の重量を水性懸濁液の総重量で割ることによって決定する。本発明の意味における重量%で与えられる懸濁液の「固体分」は、5~20 g のサンプルサイズを用いるメトラー・トレドの湿度分析計 H R 73 (T = 120、自動スイッチオフ 3、標準乾燥) を使用して決定することができる。

【0233】

<濁度>

各サンプルについて、20 分間の沈降時間後に濁度を測定した。Hach Lange 2100AN IS 実験室濁度計で濁度を測定し、<0.1、20、200、1000、4000 及び 7500 NTU の StabCal 濁度標準 (ホルマジン標準) を用いて較正を行った。

30

【0234】

<表面処理された鉱物材料の調製>

鉱物材料を、カチオン性コーティング材料でコーティングする。使用される鉱物材料は以下に列挙する。

【0235】

【表1】

サンプル 名称	鉱物材料	乾燥粉末の かさ密度	重量メジアン粒径 d_{50}
A	重質炭酸カルシウム GCC	1.3 g/cm ³	5.0 μm
B	ハイドロマグネサイト (PHM)	0.15 g/cm ³	8.4 μm
C	ゼオライト (斜方石英沸石)	0.41 g/cm ³	12 μm
D	表面改質された炭酸カルシウム MCC	0.15 g/cm ³	4.7 μm
E	ハイドロマグネサイト (PHM)	0.70 g/cm ³	1.68 μm
F	ゼオライト X	0.66 g/cm ³	3.57 μm
G	斜方石英沸石	0.68 g/cm ³	2.06 μm
H	表面改質された炭酸カルシウム MCC	0.62 g/cm ³	1.84 μm
I	ケイソウ土	0.72 g/cm ³	2.60 μm

【0236】

使用するカチオン性コーティング材料は、

- ・ BASF から市販されている Cation fast BP 液、ジアリルジメチルアンモニウムクロライドをベースとするカチオン性ホモポリマー (poly DAMAC)
- ・ シグマ・アルドリッヂから市販されている塩化鉄 (III) 、 CAS 番号 7705 - 08 - 0

である。

【0237】

使用する分散剤は、コアテックスから入手可能な E THACRYL (R) M 分散剤である。

【0238】

10 重量 % の固形分を有する鉱物材料のスラリーを提供する。鉱物材料を、任意に 1 . 8 重量 % の分散剤で分散させ、以下のようにカチオン性コーティング材料でコーティングする。

- ・ 鉱物材料を、鉱物材料の総重量に基づいて 1 . 8 重量 % のカチオン性ポリマーでコーティングする。
- ・ 鉱物材料を塩化鉄 (III) でコーティングし、鉄の質量はゼオライトの乾燥重量に基づいて 10 重量 % である。

【0239】

均質なスラリーを得、沈降を避けるために、得られたスラリーを激しく攪拌する。

【0240】

以下の表面処理された鉱物材料が得られる。

【0241】

10

20

30

40

50

【表2】

サンプル番号	鉱物材料	分散剤	カチオン性コーティング材料
例1	A	あり	Catiofast BP液
実施例2	B	あり	Catiofast BP液
実施例3	C	あり	塩化鉄(III)
実施例4	C	あり	塩化鉄(III)及びCatiofast BP液
実施例5	D	あり	Catiofast BP液
実施例6	E	あり	Catiofast BP液
実施例7	F	あり	Catiofast BP液
実施例8	G	あり	Catiofast BP液
実施例9	H	あり	Catiofast BP液
実施例10	I	あり	Catiofast BP液

10

20

30

40

50

【0242】

<脱水試験>

処理される沈殿物サンプルは、ガルツヴァイラー（ドイツ）によって RWE 電力会社から得られる。サンプリングの場所は「ザントファング（Sandfang）LD10」池で行う。提供されたサンプルは、非常に微細で油状の稠度の濃褐色でほぼ黒色であり、提供されたサンプルの総重量に基づいて 13.8 重量 % の全固形分を有する。提供された沈殿物サンプルは有機沈殿物サンプルである。

【0243】

沈殿物サンプルを、サンプルを混合し、 $500 \mu\text{m}$ のメッシュ上でふるい分けし、その後サンプルの総重量に基づいて 5 重量 % の全固形分まで水で希釈することによって均質化する。

【0244】

希釈した沈殿物サンプルに例 A の表面処理された鉱物材料サンプルを添加する。20 kg の表面処理された鉱物材料を 1 トンの汚泥（乾燥 / 乾燥）当たりに添加し、これは希釈された沈殿物の総重量を基準にして 1000 ppm の表面処理された鉱物材料に相当する。混合物を 2 分間混合する。

【0245】

その後、処理された沈殿物サンプルを、 $12 \sim 25 \mu\text{m}$ の細孔径を有するワットマン濾紙 589/1 (90 mm) を用いて 90 mm のブフナー漏斗上で濾過する。 $2.4 \text{ m}^3/\text{時}$ の吸引容量で 10 分間、vacuum brand Type MZ 2 C のダイヤフラムポンプを用いて標準的な周囲条件下で、濾過を実施する。

【0246】

フィルターケーキを取り出し、70 のオープン中で常圧 (100 kPa) 下で 10 時間乾燥させる。メトラー・トレドの分析天秤を用いて乾燥前後のフィルターケーキの質量を測定する。サンプルの固形分を、乾燥前後の質量に基づいて計算する。値は以下の表に

列挙する。さらに、濾液の濁度を測定する。

【0247】

【表3】

サンプル番号	鉱物材料	フィルターケーキの固形分	濾液の濁度
サンプル1	例1	8.6 重量%	100 NTU
サンプル2	実施例2	40.4 重量%	29 NTU
サンプル3	実施例3	39.2 重量%	11 NTU
サンプル4	実施例4	41.0 重量%	21 NTU
サンプル5	実施例5	42.4 重量%	78 NTU
サンプル6	実施例6	38.4 重量%	36 NTU
サンプル7	実施例7	37.5 重量%	44 NTU
サンプル8	実施例8	34.5 重量%	38 NTU
サンプル9	実施例9	37.3 重量%	46 NTU
サンプル10	実施例10	35.4 重量%	49 NTU

【0248】

このデータは、沈殿物処理、特に水性沈殿物の固形分の増加が本発明の方法で可能であることを示す。サンプル2～10からわかるように、少なくとも1種の表面処理された鉱物材料が使用され、コーティング前の鉱物材料が、0.05～0.80 g / mLの間の乾燥粉末のかさ密度を有し、コーティング前の鉱物材料粒子が、0.1 μm～50 μmの重量メジアン粒子直径 d_{50} 値を有し、鉱物材料が、カチオン電荷を提供する材料によって覆われている本発明の方法により、水性沈殿物の固形分を濾過により増加させることができる。さらに、本発明の方法のサンプル（サンプル2～10）の固形分は、比較の方法（サンプル1）（使用した表面処理された鉱物材料は1.3 g / mLのタップかさ密度、5.0 μmの重量メジアン粒径を有するGCCである）の固形分よりもはるかに高いことが分かる。サンプル1では、フィルターが塞がれ、そのため水の大部分はフィルターを通って流れず、フィルターケーキ内及び漏斗内の上方にとどまる。したがって、フィルターケーキの固形分は比較的低い。これとは対照的に、サンプル2～10のフィルターケーキは塞がれておらず、したがって、大量の水がフィルターを通って流れる。このため、フィルターケーキの固形分は比較的高い。

【0249】

さらに、濾液の濁度値は、サンプル1（100 NTU）と比較して、サンプル2～10（11～78 NTU）でははるかに低い。したがって、本発明の方法の濾過品質及び効率は、比較方法と比較して向上している。

10

20

30

40

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No PCT/EP2017/059665												
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. C02F11/14 ADD. C02F1/52 C02F1/56														
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) C02F														
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) EPO-Internal, WPI Data														
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: left; padding: 2px;">Category*</th> <th style="text-align: left; padding: 2px;">Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages</th> <th style="text-align: left; padding: 2px;">Relevant to claim No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="padding: 2px;">X</td> <td style="padding: 2px;">EP 2 589 430 A1 (OMYA DEVELOPMENT AG [CH]) 8 May 2013 (2013-05-08) cited in the application paragraph [0010] paragraph [0044] - paragraph [0164] -----</td> <td style="padding: 2px;">1-15</td> </tr> <tr> <td style="padding: 2px;">X</td> <td style="padding: 2px;">CA 2 734 310 A1 (SOANE MINING LLC [US]) 17 September 2011 (2011-09-17) cited in the application paragraph [0011] - paragraph [0046] -----</td> <td style="padding: 2px;">1-15</td> </tr> <tr> <td style="padding: 2px;">X</td> <td style="padding: 2px;">US 2005/261399 A1 (HUNKELER DAVID [FR]) 24 November 2005 (2005-11-24) paragraph [0020] - paragraph [0050] -----</td> <td style="padding: 2px;">1-15</td> </tr> </tbody> </table>			Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	X	EP 2 589 430 A1 (OMYA DEVELOPMENT AG [CH]) 8 May 2013 (2013-05-08) cited in the application paragraph [0010] paragraph [0044] - paragraph [0164] -----	1-15	X	CA 2 734 310 A1 (SOANE MINING LLC [US]) 17 September 2011 (2011-09-17) cited in the application paragraph [0011] - paragraph [0046] -----	1-15	X	US 2005/261399 A1 (HUNKELER DAVID [FR]) 24 November 2005 (2005-11-24) paragraph [0020] - paragraph [0050] -----	1-15
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.												
X	EP 2 589 430 A1 (OMYA DEVELOPMENT AG [CH]) 8 May 2013 (2013-05-08) cited in the application paragraph [0010] paragraph [0044] - paragraph [0164] -----	1-15												
X	CA 2 734 310 A1 (SOANE MINING LLC [US]) 17 September 2011 (2011-09-17) cited in the application paragraph [0011] - paragraph [0046] -----	1-15												
X	US 2005/261399 A1 (HUNKELER DAVID [FR]) 24 November 2005 (2005-11-24) paragraph [0020] - paragraph [0050] -----	1-15												
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		<input checked="" 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 but 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 12 June 2017		Date of mailing of the international search report 19/06/2017												
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.O. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel: (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Châtellier, Xavier												

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/EP2017/059665

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
EP 2589430	A1 08-05-2013	AU 2012331228 A1		01-05-2014
		BR 112014010677 A2		09-05-2017
		CA 2852599 A1		10-05-2013
		CL 2014001101 A1		05-09-2014
		CN 103930200 A		16-07-2014
		CO 6940406 A2		09-05-2014
		CY 1116937 T1		05-04-2017
		CY 1117557 T1		26-04-2017
		DK 2589430 T3		14-12-2015
		DK 2773453 T3		27-06-2016
		EP 2589430 A1		08-05-2013
		EP 2773453 A1		10-09-2014
		ES 2548911 T3		21-10-2015
		ES 2576960 T3		12-07-2016
		HR P20151207 T1		04-12-2015
		HR P20160660 T1		15-07-2016
		HU E025587 T2		28-04-2016
		HU E029187 T2		28-02-2017
		JP 6114295 B2		12-04-2017
		JP 2014533196 A		11-12-2014
		KR 20140097240 A		06-08-2014
		MX 337259 B		22-02-2016
		NZ 624723 A		26-06-2015
		PL 2773453 T3		31-10-2016
		PT 2589430 E		16-11-2015
		PT 2773453 E		03-06-2016
		SG 102015061375 A		29-09-2015
		SG 11201401974R A		29-05-2014
		SI 2589430 T1		30-11-2015
		SI 2773453 T1		30-06-2016
		TW 201332904 A		16-08-2013
		US 2014284519 A1		25-09-2014
		WO 2013064492 A1		10-05-2013
CA 2734310	A1 17-09-2011	CA 2734310 A1		17-09-2011
		US 2012061321 A1		15-03-2012
		US 2015096939 A1		09-04-2015
US 2005261399	A1 24-11-2005	NONE		

フロントページの続き

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード(参考)
	B 0 1 D 21/01	1 1 0
	B 0 1 D 21/01	1 1 1

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MK,MT,NL,NO,PL,PT,R0,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IR,IS,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ

(72)発明者 シェルコップ, ヨアヒム

スイス国、5 7 2 7 · オーバークルム、ディスホーフベーク・3

F ターム(参考)	4D015 BA08 BA11 BA19 BB08 BB12 BB16 CA05 CA08 CA09 CA10
	CA11 DA02 DA04 DA05 DA12 DA13 DA19 DA28 DA30 DA32
	DA35 DB02 DB03 DB12 DB14 DB23 DC04 DC07 DC08 EA06
	EA32 EA35 EA39
	4D059 AA03 AA09 AA23 BE01 BE04 BE31 BE37 BE55 BE57 BE59
	BE60 DA03 DA08 DA13 DA15 DA16 DA17 DA19 DA24 DA38
	DA51 DA52 DA55 DB11 DB21 DB22 DB23 DB24 DB26