

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4747353号
(P4747353)

(45) 発行日 平成23年8月17日(2011.8.17)

(24) 登録日 平成23年5月27日(2011.5.27)

(51) Int. Cl.		F I	
CO1F 7/02	(2006.01)	CO1F 7/02	A
BO1J 21/04	(2006.01)	BO1J 21/04	Z
BO1J 32/00	(2006.01)	BO1J 32/00	
BO1J 35/10	(2006.01)	BO1J 35/10	3O1H
CO1F 7/14	(2006.01)	CO1F 7/14	C

請求項の数 8 (全 12 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2000-558029 (P2000-558029)	(73) 特許権者	500393413
(86) (22) 出願日	平成11年7月6日(1999.7.6)		アンスティテュ フランセ デュ ベトロール
(65) 公表番号	特表2002-519297 (P2002-519297A)		フランス国 セデクス リイル マルメゾン アブニュー ド ボアプレオ 1 エ 4
(43) 公表日	平成14年7月2日(2002.7.2)	(74) 代理人	100083149
(86) 国際出願番号	PCT/FR1999/001632		弁理士 日比 紀彦
(87) 国際公開番号	W02000/001617	(74) 代理人	100060874
(87) 国際公開日	平成12年1月13日(2000.1.13)		弁理士 岸本 瑛之助
審査請求日	平成18年7月3日(2006.7.3)	(74) 代理人	100079038
(31) 優先権主張番号	98/08609		弁理士 渡邊 彰
(32) 優先日	平成10年7月6日(1998.7.6)	(72) 発明者	ル ゴフ ピエール イーヴ
(33) 優先権主張国	フランス (FR)		フランス国 パリー リュ ドゥ ラ ブレン 20-24
(31) 優先権主張番号	99/04862		
(32) 優先日	平成11年4月16日(1999.4.16)		
(33) 優先権主張国	フランス (FR)		
前置審査			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 新規分散性水和アルミニウム、その調製方法および触媒の調製におけるその使用方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

次の工程：

(1) 一水和アルミニウムを沈殿させるために、酸性アルミニウム源と塩基、あるいは塩基性アルミニウム源と酸を混合する工程、

(2) 熟成工程、

(3) 濾過工程、

(4) 洗浄工程、および

(5) 乾燥工程

を行うことを特徴とし、かつ工程(1)の混合が、逆混合を伴わないで行われることを特徴とし、0.3 μm以下の直径に対して少なくとも80重量%の分散度を有し、50未満のクリスタライト(晶子)のサイズを有し、かつ細孔直径80~150を有する水和アルミニウムの調製方法。

【請求項 2】

工程(1)の混合が、ピストン流反応器において行われることを特徴とする、請求項1記載の方法。

【請求項 3】

工程(1)の混合が、スタティック・ミキサー内で行われることを特徴とする、請求項1または2記載の方法。

【請求項 4】

次の工程：

- (1 ') 逆混合を伴う攪拌反応器内で、pH 6 ~ 8 . 5、温度 5 0 ~ 9 5 で、硫酸アルミニウムと塩基とを混合する工程、
- (2 ') pH 9 ~ 1 1、温度 6 0 ~ 9 0 での熟成工程、
- (3 ') 濾過工程、
- (4 ') 洗浄工程、および
- (5 ') 乾燥工程

を行うことを特徴とし、0 . 3 μ m以下の直径に対して少なくとも8 0重量%の分散度を有し、5 0 未満のクリスタライト(晶子)のサイズを有し、かつ細孔直径8 0 ~ 1 5 0 を有する水和アルミニウムの調製方法。

10

【請求項 5】

塩基性アルミニウム源がアルミン酸ナトリウムおよびアルミン酸カリウムのような塩基性アルミニウム塩から選ばれることを特徴とする、請求項 4 記載の方法。

【請求項 6】

工程 (1 ') の間、pH が 6 . 5 ~ 8 . 5 であることを特徴とする、請求項 4 または 5 記載の方法。

【請求項 7】

工程 (1 ') の間、pH が 6 . 5 ~ 7 であることを特徴とする、請求項 4 ~ 6 のうちのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 8】

工程 (1 ') の間、温度が 5 0 ~ 7 0 であることを特徴とする、請求項 4 ~ 7 のうちのいずれか 1 項記載の方法。

20

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、新規水和アルミニウム、該水和物の調製方法および触媒あるいは触媒担体の調製におけるその使用法に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

水和アルミニウムは、触媒あるいは触媒担体を調製するのに使用される。調製は、通常、水和アルミニウムを成形し、ついでこれをアルミナに変換するために該水和アルミニウムを焼成することからなる。水和アルミニウムの特性は、得られたアルミナの特性に影響を及ぼし、その結果、触媒および触媒担体の適用特性に影響を及ぼす。従って、水和アルミニウムの水中における高い分散性は、要望される特性の 1 つである。何故なら、この高分散性によって、有利な特性を有する触媒あるいは触媒担体の調製が可能になるからである：すなわち、

30

・まず分散性水和アルミニウムは、アルミナの凝集物あるいは集合体を含まない触媒担体を生じる。従って、均質担体が得られる。

【0 0 0 3】

・ついで、分散性水和アルミニウムを用いることにより、成形条件がより温和(例えば酸割合が非常に低い)であり、このことにより、大きな総細孔容積を保持することが可能になる。

40

【0 0 0 4】

・最後に、分散性水和アルミニウムにより生じた触媒あるいは触媒担体は、メゾ細孔および/またはマクロ細孔を含まない単一モードの細孔分布を有する(メゾ細孔および/またはマクロ細孔は、その中央値直径を超えるサイズのあらゆる細孔を意味する)。精油所における水素化処理のようないくつかの適用において、これらメゾ細孔および/またはマクロ細孔の不存在が求められている。実際、細孔の直径が小さい(1 0 0) 場合、金属は担体中に入り込まない。これは、担体の失活を回避することになる。さらに、細孔分布が狭い場合、いくつかの分子のみが、担体に入り、このことにより、分子篩を行うことが可

50

能になる。さらに、コークス化の影響は制限される。マクロ細孔の不存在により、担体の機械強度が増大する。

【0005】

【発明の解決しようとする課題】

従って、本発明の目的は、水中において高分散性を有する水和アルミニウムを提供することである。

【0006】

別の目的は、この水和アルミニウムの調製方法を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】

これらの目的において、本発明は、まず $0.3\ \mu\text{m}$ 以下の直径に対して、水中における少なくとも80重量%の分散度を有する水和アルミニウムに関する。

【0008】

さらに本発明は、そのような水和アルミニウムの調製方法にも関する。

【0009】

実施の一形態において、水和アルミニウムの調製は、次の工程：

(1) 一水和アルミニウムを沈殿させるために、酸性アルミニウム源と塩基、あるいは塩基性アルミニウム源と酸を混合する工程、

(2) 熟成工程、

(3) 濾過工程、

(4) 洗浄工程、および

(5) 乾燥工程

に従って、逆混合(back-mixing)を伴わないで行われる。

実施の別の形態において、水和アルミニウムの調製は、次の工程：

(1') 逆混合を伴う攪拌反応器内で、 $\text{pH}6\sim8.5$ 、温度 $50\sim95$ で、硫酸アルミニウムと塩基とを混合する工程、

(2') $\text{pH}9\sim11$ 、温度 $60\sim90$ での熟成工程、

(3') 濾過工程、

(4') 洗浄工程、および

(5') 乾燥工程

に従って、逆混合を伴って行われる。

【0010】

最後に、本発明は、触媒あるいは触媒担体の調製における該水和アルミニウムの使用方法に関する。

【0011】

図1は、本発明による水和アルミニウムと、先行技術による水和アルミニウムとの粒度分布を表す。

【0012】

従って、本発明は、まず $0.3\ \mu\text{m}$ 以下の直径に対して、水中における少なくとも80重量%の分散度を有する水和アルミニウムに関する。

【0013】

本発明による水和アルミニウムは、主として、ペーサイトおよび/または擬似ペーサイト型の一水和アルミニウム結晶構造(AlOOH 、 $n\text{H}_2\text{O}$)を有する。「主として」とは、本発明による水和アルミニウム中の一水和アルミニウムの割合が、30重量%を越え、好ましくは60重量%を越えることを意味する。結晶化度および結晶相の種類はX線回折により測定される。一水和アルミニウムへの補足物は、一般に非晶質水和アルミニウムあるいはX線回折によっては分析できない非常に微細な水和アルミニウムである。

【0014】

この水和アルミニウムは、その高分散度によって特徴付けられる。この高分散度は、 $0.3\ \mu\text{m}$ 以下の直径に対して、少なくとも80重量%、好ましくは、 $0.3\ \mu\text{m}$ 以下の直径

10

20

30

40

50

に対して、少なくとも90重量%である。本発明による水和アルミニウムは、水和アルミニウムの等電点(IEP)とは異なるpHで水中において分散性である。

【0015】

水和アルミニウムの分散度は、同等球体の直径に応じて加重される累積重量を与える粒度分析により算定される。この分析値は、次のマニュアルに従って用いるセディグラフ(Sedi-graph)装置において分析すべき水和物の懸濁液の、重力による沈降によって得られる。水和アルミニウムは、ブラベンター(Brabender)型ミキサーを用いて、水和アルミニウムに対して6重量%の割合の硝酸、および水と30分間混練される。水の量は、混合物が、1000で約58重量%の強熱減量を示すペーストを生じるような量である。ついで、得られたペーストは、脱イオン水で同水1リットル当たり100gで希釈される。得られた分散液は、中位の出力の超音波(100ワットの出力で5mmのプローブを用いて2分)を用いて均質にされる。

10

【0016】

最後に、分散液は、次の沈降現象条件の下に、Sedi-graph装置で分析される：

- ・アルミナの密度： 3.25 g/cm³
- ・キャリア液体： 水
- ・液体密度： 0.9957 g/cm³
- ・媒質粘度： 0.8007 mPa·s
- ・試験温度： 30

Sedi-graph装置による一定の粒度曲線から、水和アルミニウムの分散度が読み取られる。この分散度は、0.3μm未満のサイズを有する粒子の重量百分率に一致する。この百分率が、増加すればするほど、分散性が優れることになる。

20

【0017】

本発明による水和アルミニウムは、通常、粉体形態で存在する。さらに、本発明による水和アルミニウムは、その上に石油精製のいくつかの適用のために要求される細孔分布特性を有する。従って、水和アルミニウムの細孔直径は、50~300、好ましくは80~250、より好ましくは80~150である。さらに、本発明による水和アルミニウムは、クリスタライト(晶子)のサイズ50未満を有する。最後に本発明による水和アルミニウムは、280m²/gを越える、好ましくは300~400m²/g、より好ましくは300~350m²/gの比表面積を有する。

30

【0018】

さらに本発明は、そのような水和アルミニウムの調製方法にも関する。実施の形態のうちの1つにおいて、水和アルミニウムの調製は、次の工程：

- (1) 一水和アルミニウムを沈殿させるために、酸性アルミニウム源と塩基、あるいは塩基性アルミニウム源と酸を混合する工程、
- (2) 熟成工程、
- (3) 濾過工程、
- (4) 洗浄工程、および
- (5) 乾燥工程

に従って、逆混合を伴わないで行われる。

40

この方法では、酸・塩基沈殿、すなわちアルミニウムの酸性塩および/または塩基性塩からの水和物の沈殿、ついで得られた水和物の熟成、濾過、洗浄および乾燥による水和アルミニウムの通常の調製工程が行われる。本発明方法は、工程1を逆混合なしで行うことを特徴とする。

【0019】

工程1において、酸性アルミニウム源は、例えば次の化合物のうちの少なくとも1つの化合物から選ばれてよい：すなわち塩化アルミニウム、硫酸アルミニウムおよび硝酸アルミニウムである。塩基性アルミニウム源は、アルミン酸ナトリウムおよびアルミン酸カリウムのような塩基性アルミニウム塩から選ばれてよい。

【0020】

50

アルミニウムをベースとする酸性または塩基性出発化合物の種類に応じて、例えば塩酸、硫酸、水酸化ナトリウムあるいは上述されたアルミニウムの塩基性化合物または酸性化合物から選ばれる塩基または酸により水和アルミニウムを沈殿させる。例えば2つの反応体は、硫酸アルミニウムおよびアルミン酸ナトリウムであってよい。

【0021】

反応体は、通常、水溶液形態で使用される。

【0022】

水和アルミニウムの沈殿は、pHの調節により得られる。pHは、一水和アルミニウムの沈殿を得るように選ばれる。一般に、このpHは、温度60に対して6~10、好ましくは8~10である。pH調節は、通常反応器に導入される反応体の流量および濃度を選択することによって行われる。

10

【0023】

沈殿の際、水和アルミニウムの懸濁液が形成される。

【0024】

本方法の主な特徴は、この工程1において使用される反応器の種類に起因する。本発明のこの実施の形態において、工程1の反応体の混合は、逆混合現象が、最小であるように、好ましくは完全に回避されるように実施されねばならない。「逆混合」とは、反応により生じた生成物、すなわち水和アルミニウムが、反応器に連続導入される出発反応体との接触、および反応器内で既に形成された水和物との接触を生じるようになる現象を意味する。従って、使用される反応器は、例えば反応生成物が、出発反応体の導入場所から離れているようになされるべきである。

20

【0025】

そのような混合は、ピストン流反応器内で、特にスタティック・ミキサー内で行われてよい。ライトニン(Lightning)ミキサーが挙げられる。工程2~工程5は、水和アルミニウムの合成において一般に実施される工程に類似する。

【0026】

工程2において、水中分散液の形で得られた水和アルミニウムは、熟成される。この水和アルミニウムは、タンクに単に貯蔵されてよい。さらに該水和アルミニウムは、加熱されてもよいし、オートクレーブ内で加圧されてもよい。

【0027】

工程3において、熟成された水和アルミニウムの懸濁液は濾過される。

30

【0028】

工程4において、濾取された水和アルミニウム凝集物は、望ましくない不純物を除去するために水で洗浄される。

【0029】

工程5において、洗浄された水和アルミニウムは、乾燥される。こうして水和アルミニウムの粉体得られる。この乾燥は、結合水の除去を回避する温度で行われる。

【0030】

別の実施の形態において、水和アルミニウムの調製は、逆混合を伴って次の工程によって行われる：

40

(1') 逆混合を伴う攪拌反応器内で、pH6~8.5、温度50~95で、硫酸アルミニウムと塩基とを混合する工程、

(2') 温度60~90、pH9~11での熟成、

(3') 濾過

(4') 洗浄、および

(5') 乾燥

沈殿工程1'において、アルミニウム源として硫酸アルミニウムを選択することが肝要である。この出発化合物の選択によって、逆混合を伴う反応器内で調製される水和アルミニウムの所望の特性を得ることが可能になる。

【0031】

50

塩基源は、水酸化ナトリウムであってよく、また塩基性アルミニウム化合物であってよい。好ましくは、逆混合を伴うこの実施の形態において、水酸化ナトリウムまたはアルミン酸ナトリウムが用いられる。

【0032】

反応体は、通常、水溶液形態で使用される。

【0033】

所望の水和アルミニウムの沈殿は、pHの調節により部分的に得られる。従って、pHは、6～8.5でなければならない。好ましくは、該pHは、6.5～8.5、より好ましくは6.5～7である。pH調節は、通常、反応器に導入される反応体の流量および濃度を選択することにより行われる。

【0034】

さらに所望の水和アルミニウムの沈殿は、50～95、好ましくは50～70でなければならない温度の調節により部分的に得られる。

【0035】

沈殿の際、水和アルミニウムの懸濁液が形成される。

【0036】

沈殿の間に、反応器は、逆混合を伴って攪拌される。「逆混合」とは、反応により生じた生成物、すなわち水和アルミニウムが、反応器に連続導入される出発反応体との接触、および反応器内で既に形成された水和物との接触を生じるようになる現象を意味する。このために、例えば長方形プロペラ（スクリュ）、傾斜羽根、またはRushonターピンのような攪拌用回転体を具備したあらゆる型の反応器が使用されてよい。

【0037】

工程2'において、水中分散液の形で得られた水和アルミニウムは、熟成される。さらにこの工程2'は、所望の水和アルミニウムを逆混合を伴って製造することがキーポイントである。この熟成工程は、工程1'により生じた懸濁液を、温度60～90、pH9～11でタンク内に貯蔵することからなる。熟成期間は、一般に少なくとも10分間である。

【0038】

熟成の間に、pHは塩基の添加により調節される。塩基は、アルミン酸ナトリウムまたは水酸化ナトリウムであってよい。好ましくは、それは、水酸化ナトリウムである。

【0039】

好ましくは分散液は、熟成の間に攪拌される。

【0040】

工程3'、工程4'および工程5'は、当業者に公知の従来方法によって、例えば工程3'、工程4'および工程5'に記載されている方法によって実施される。

【0041】

最後に、本発明は、触媒または、アルミナをベースとする触媒担体の調製における、上記の水和アルミニウム、あるいは上記方法により生じた水和アルミニウムの使用方法に関する。

【0042】

この調製は、当業者に公知であって、一般に水和アルミニウムを成形し、ついでこれを焼成することからなる。

【0043】

成形は、例えば混練/押し出し、オールドロップ成形、造粒、固化（圧縮）、スプレーイングのようなあらゆる公知方法によって行われてよい。

【0044】

次いで成形された水和物は、300～1000、好ましくは500～800に変化する温度で焼成される。

【0045】

触媒あるいは触媒担体の調製における本発明による水和アルミニウムの主たる利点は、そ

10

20

30

40

50

の使用によって、触媒あるいは触媒担体中のマクロ細孔の割合を調節することが可能になることである。実際、この水和物を使用することにより、触媒あるいは触媒担体のアルミナ中のメゾ細孔またはマクロ細孔の存在を回避することが可能になる。「マクロ細孔」とは、中央直径値を越える、好ましくは中央直径値プラス30の直径を有するあらゆる細孔を意味する。中央直径は、それ自体で、水銀を用いる細孔度の測定により得られる細孔分布曲線により定義される。この値は、この曲線の変曲点に一致する（すなわち容積曲線の誘導値における直径 = 最大値を通過する f (直径))。

【0046】

【発明の実施の形態】

次の実施例は、本発明を例証するが、何らその範囲を限定するものではない。

10

【0047】

[実施例1：本発明による]

工程1：沈殿

直径DN25の対照Lightninのスタティック・ミキサーを使用した。次の反応体を下記に記載される濃度および流量で反応器に導入した：

硫酸アルミニウム 22.75 g / リットル 500 リットル / 時

アルミン酸ナトリウム 290 g / リットル 86 リットル / 時

温度を60に維持した。

【0048】

スタティック・ミキサーの出口において、pHは9であり、水和アルミニウムの濃度は60 g / リットルであった。

20

【0049】

工程2：熟成

得られた水和物を、攪拌反応器に導入した。その攪拌手段はプロペラ（スクリュウ）であり、攪拌出力は500 W / m³であった。反応器の容積は120リットルであった。pH9を維持するために290 g / リットルのアルミン酸ナトリウムを非連続的に再導入した。熟成温度は90であった。期間は3時間であった。

【0050】

工程3、工程4および工程5

次いで該水和物を濾過し、水で洗浄した。洗浄水の量は水和アルミニウム1 kg 当たり3040リットルであった。

30

【0051】

次いで水和物を噴霧により乾燥させた。出口温度は115であった。

【0052】

結果

得られた水和物は、次の特徴を有していた：

- ・大部分の結晶質の種類：ペーマイト、
- ・ペーマイトの割合：75重量%、
- ・クリスタライトのサイズ：45、
- ・1000での強熱減量：23重量%、
- ・細孔容積：0.75 cm³ / g、
- ・細孔直径：91、および
- ・比表面積：325 m² / g。

40

【0053】

該水和物の分散度を、下記に定義されたマニュアルに従ってSedi graph 5000 ETを用いて測定した。より正確には、水和アルミニウム46.4 gと、硝酸3.15 g および脱イオン水38.64 gを含む溶液とを30分間混練した。得られたペーストは、1000での強熱減量59.5重量%を有していた。このペーストを、脱イオン水で100 g / リットルに希釈した。得られた分散液を、中位の出力の超音波（100ワットの出力での5 mmのプロープを用いて2分）を用いて均質化した。最後に、分散液を、先に

50

定義された沈降条件下に *Sedigraph* を用いて分析した。

【0054】

粒度分析は、図1上で明らかになった。*Sedigraph* を用いて測定されるサイズ0.3 μm未滿を有する粒子の重量%は、92%であることが証明された。この水和アルミニウムは、高度に分散性であった。

【0055】

[実施例2：比較例]

工程1：沈殿

攪拌手段としてプロペラを具備した攪拌反応器を使用した。攪拌出力は500 W/m³であった。反応器の容積は12リットルであった。この反応器は、定レベル・レギュレータにより連続的に作用した。

10

【0056】

次の反応体を下記に記載される濃度および流量で反応器に導入した：

硫酸アルミニウム 22.75 g / リットル 52.51 リットル / 時

アルミン酸ナトリウム 290 g / リットル 8.75 リットル / 時

温度を60 に維持した。

【0057】

pHを、反応体の流量調節によって9に維持した。水和アルミニウムの最終濃度は60 g / リットル程度であった。

【0058】

20

工程2：熟成

この工程は、実施例1の工程と同一であった。

【0059】

工程3、工程4および工程5：

次いで実施例1におけるように、水和アルミニウムを濾過し、洗浄し、乾燥させた。

【0060】

結果：

得られた水和アルミニウムは、次の特徴を有した：

- ・大部分の結晶質の種類：ペーマイト、
- ・ペーマイトの割合：75重量%、
- ・クリスタライトのサイズ：45、
- ・総細孔容積：0.65 cm³ / g、
- ・細孔直径：80、および
- ・比表面積：310 m² / g。

30

【0061】

水和物の分散度を、実施例1において上記で定義されたマニュアルに従って *Sedigraph 5000 ET* によって測定した。

【0062】

粒度分析は、図1上で明らかになった。*Sedigraph* により測定されるサイズ0.3 μm未滿を有する粒子の重量%は、71%であることが証明された。

40

【0063】

[実施例3：比較例]

工程1'：沈殿

3リットルの攪拌反応器に：

・ Al₂O₃ を142 g / リットル含むアルミン酸ナトリウム溶液を、流量4.8リットル / 時で、

・ Al₂O₃ を80 g / リットル含む硫酸アルミニウム溶液を、流量約3.8リットル / 時で、

・ 水を、流量8.8リットル / 時で

導入した。

50

【0064】

水の温度は、60 であった。

【0065】

硫酸アルミニウムの流量値によって反応器のpHを約9の値に規制した。

【0066】

工程2'：熟成

この工程は、実施例1の工程と同一であった。

【0067】

工程3'、工程4'および工程5'：

次いで実施例1におけるように、水和アルミニウムを濾過し、洗浄し、乾燥させた。

10

【0068】

水和物の分散度を、実施例1において上記で定義されたマニュアルに従ってSedigraph 5000 ETを用い測定した。Sedigraphにより測定されるサイズ0.3 μm未満を有する粒子の重量%は、72%であることが証明された。

【0069】

[実施例4：比較例]

工程1'：沈殿

3リットルの攪拌反応器に：

・Al₂O₃を142g/リットル含むアルミン酸ナトリウム溶液を、流量4.8リットル/時で、

20

・Al₂O₃を80g/リットル含む硝酸アルミニウム溶液を、流量約3.8リットル/時で、

・水を、流量8.8リットル/時で

導入した。

【0070】

水の温度は、60 であった。

【0071】

硝酸アルミニウムの流量値によって反応器のpHを約7の値に規制した。

【0072】

工程2'：熟成

この工程は、実施例1の工程と同一であった。

30

【0073】

工程3'、工程4'および工程5'：

次いで実施例1におけるように、水和アルミニウムを濾過し、洗浄し、乾燥させた。

【0074】

結果：

得られた水和物は、クリスタライト(晶子)のサイズ402 を有していた。

【0075】

水和物の分散度を、実施例1において上記で定義されたマニュアルに従ってSedigraph 5000 ETを用いて測定した。Sedigraphにより測定されるサイズ0.3 μm未満を有する粒子の重量%は、68%であることが証明された。

40

【0076】

[実施例5：本発明による]

工程1'：沈殿

3リットルの攪拌反応器に：

・Al₂O₃を142g/リットル含むアルミン酸ナトリウム溶液を、流量4.8リットル/時で、

・Al₂O₃を80g/リットル含む硫酸アルミニウム溶液を、流量約5リットル/時で、

・水を、流量8.8リットル/時で

50

導入した。

【0077】

水の温度は、60 であった。

【0078】

硫酸アルミニウムの流量値によって反応器のpHを約7の値に規制した。

【0079】

工程2'：熟成

この工程は、実施例1の工程と同一であった。

【0080】

工程3'、工程4'および工程5'：

次いで実施例1におけるように、水和アルミニウムを濾過し、洗浄し、乾燥させた。

【0081】

結果：

得られた水和物は、クリスタライト（晶子）のサイズ35 と、比表面積321m²/gとを有していた。

【0082】

水和物の分散度を、実施例1において上記で定義されたマニュアルに従ってSedigraph5000ETを用いて測定した。Sedigraphにより測定されるサイズ0.3μm未満を有する粒子の重量%は、81%であることが証明された。この水和アルミニウムは、高度に分散性であった。

【0083】

[実施例6：本発明による]

工程1'：沈殿

3リットルの攪拌反応器に：

・Al₂O₃を356g/リットル含むアルミン酸ナトリウム溶液を、流量4.5リットル/時で、

・Al₂O₃を110g/リットル含む硫酸アルミニウム溶液を、流量約7リットル/時で、

・水を、流量8.8リットル/時で

導入した。

【0084】

水の温度は、60 であった。

【0085】

硫酸アルミニウムの流量値によって反応器のpHを約7の値に規制した。

【0086】

工程2'：熟成

この工程は、実施例1の工程と同一であった。

【0087】

工程3'、工程4'および工程5'：

次いで実施例1におけるように、水和アルミニウムを濾過し、洗浄し、乾燥させた。

【0088】

結果：

得られた水和物は、クリスタライト（晶子）のサイズ32 と、比表面積345m²/gとを有していた。

【0089】

水和物の分散度を、実施例1において上記で定義されたマニュアルに従ってSedigraph5000ETを用いて測定した。Sedigraphにより測定されるサイズ0.3μm未満を有する粒子の重量%は、82%であることが証明された。この水和アルミニウムは、高度に分散性であった。

【図面の簡単な説明】

10

20

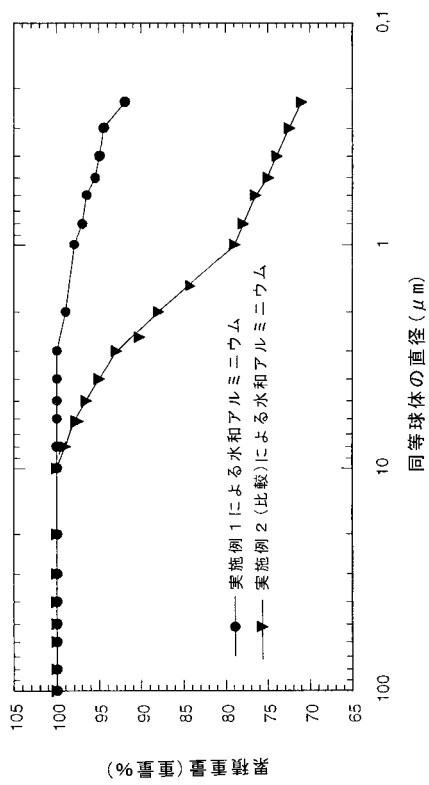
30

40

50

【図 1】 図 1 は球体の直径とその累積重量の関係を示すグラフである。

【図 1】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 0 1 F 7/34 (2006.01) C 0 1 F 7/34 A

(72)発明者 ラヴァル フィリップ
フランス国 パリー リュ オルドゥネ ベー 162

(72)発明者 マルタン ミシェル
フランス国 リヨン リュ マセナ 47

審査官 横山 敏志

(56)参考文献 国際公開第95/012547(WO, A1)
特開昭53-119800(JP, A)
特開昭49-125298(JP, A)
特開平05-070121(JP, A)
米国特許第03864461(US, A)
米国特許第04332782(US, A)
米国特許第05032378(US, A)
欧州特許出願公開第00113796(EP, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C01F7/00-7/76

B01J21/00-38/74

B01D53/86-53/96