

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4384340号
(P4384340)

(45) 発行日 平成21年12月16日(2009.12.16)

(24) 登録日 平成21年10月2日(2009.10.2)

(51) Int.Cl. F I
B O 1 J 37/02 (2006.01)
 B O 1 J 37/02 1 O 1 B
 B O 1 J 37/02 3 O 1 D

請求項の数 1 (全 8 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2000-245750 (P2000-245750) (22) 出願日 平成12年8月14日 (2000. 8. 14) (65) 公開番号 特開2002-59010 (P2002-59010A) (43) 公開日 平成14年2月26日 (2002. 2. 26) 審査請求日 平成19年3月6日 (2007. 3. 6)</p>	<p>(73) 特許権者 593024380 株式会社アイシーティー 大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号 (73) 特許権者 395016659 インターナショナル キャタリスト テク ノロジー インコーポレイテッド INTERNATIONAL CATAL YST TECHNOLOGY, INC. アメリカ合衆国, ミシガン州 48326 , オーバーン ヒルズ, コマーシャル ド ライブ 2347 (73) 特許権者 000004628 株式会社日本触媒 大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号</p>
--	---

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 触媒の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

八ニカム状モノリス担体に、該担体の下端部から触媒活性成分を含む液状物を導入して担持する際に、該担体の上端部での液面検知を水分センサーを用いて行うことを特徴とする触媒の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は触媒の製造方法に関する。さらに詳細には、水分センサーを用いて八ニカム状モノリス担体の上端面の液面の制御を行う触媒の製造方法に関する。特に、排ガス浄化用触媒の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

八ニカム状モノリス担体に触媒活性成分を担持する際、担体側面に高価な触媒活性成分を担持したとしても排ガスの処理には何ら寄与せず、反対に触媒の価格を向上させることとなって好ましくなく、触媒活性成分を担体側面に担持または付着しない担持方法が求められている。

【0003】

この方法においては、触媒活性成分を含むスラリーを担体の下側からセル内を上昇させ、該スラリーが担体上端面に達した後、担体上端面から溢れない状態で該スラリーを担体下

側に排出する方法が取られている。スラリーが上端面から溢れないように制御する方法として、目視による方法が挙げられるが、生産性を考慮するとレーザーセンサー、超音波センサーなどを用いる方法がある。

【0004】

しかしながら、これらのセンサーを用いる方法では、スラリーがハニカム担体上端面に達するまでには精度よくスラリーの位置を確認することができず、スラリーがハニカム担体上端面を越えてから始めて液面を検知することができ、スラリーの粘度、圧入速度などの変化に充分に対応しきれないという問題があった。そのため、スラリーを完全に担体に被覆するためには、ある程度のオーバーフローは避けられず、スラリーが担体側面および担持装置などに付着するという問題があった。

10

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

そこで、本発明者らは上記の問題点を解決すべく、スラリーが担体内を上昇する際に、担体上端面付近でスラリーの液面を精度よく検知できる方法について鋭意研究した結果、水分センサーを用いることによりスラリーの液面の位置を精度よく検知できることを見出し、本発明を完成した。

【0006】

【課題を解決するための手段】

本発明の目的は、ハニカム状モノリス担体に、該担体の下端部から触媒活性成分を含む液状物導入して担持する際に、該担体の上端部での液面検知を水分センサーを用いて行うことを特徴とする触媒の製造方法、によって達成される。

20

【0007】

本発明の技術的範囲は、特許請求の範囲の各請求項の記載の文言に限定されず、当業者がそれらから容易に置き換えられる範囲にもおよぶ。

【0008】

【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳細に説明する。

【0009】

本発明で用いられるハニカム状モノリス担体は、担体内部を貫通する複数のセルを有する耐火性構造物であれば特に制限されることなく、例えばモノリスハニカム担体、メタルハニカム担体などを挙げることができる。

30

【0010】

モノリス担体としては、通常、コージェライト、ムライト、 γ -アルミナ、ジルコニア、チタニア、リン酸チタン、アルミニウムチタネート、ベタライト、スポンジュメン、アルミノシリケート、マグネシウムシリケートなどを材料とするハニカム担体、ステンレス鋼、Fe-Cr-Al合金などの酸化抵抗性の耐熱性金属を用いて一体構造体としたものが用いられる。

【0011】

これらモノリス担体は、押出成型法やシート状素子を巻き固める方法などで製造される。そのガス通過口（セル形状）の形は、六角形、四角形、三角形またはコルゲーション形の何れであってもよい。セル密度（単位断面積 6.45 cm^2 （1平方インチ）当たりのセル数）は処理するトンネル内の排ガス、産業用排ガス、自動車、ディーゼルエンジンなどの内燃機関からの未燃焼炭化水素、一酸化炭素、窒素酸化物などの排ガスの種類によって異なるが、通常、100～1500セルが例示される。ちなみに、担体の外形は、断面形状として円形、楕円形、四角形など特に限定されることなく用いることができる。

40

【0012】

ハニカム状モノリス担体は、耐火性の無機酸化物を予め該担体に被覆し、またはかかる無機酸化物とともに排ガス処理に有効な触媒成分を同時に担体に被覆して用いられる。本発明では、これらの無機酸化物、触媒成分、およびこれらの混合物を触媒活性成分と称する。耐火性の無機酸化物としては、 γ -Al₂O₃、SiO₂、ZrO₂などの活性アルミナ、酸化セリウム、酸

50

化ジルコニウム、酸化タングステン、酸化チタン、酸化ケイ素、アルカリ土類元素およびこれらの複合酸化物などを例示できる。触媒成分としては、排ガス中の有害物質を処理できれば特に制限されることはないが、ロジウム、白金、パラジウムなどの貴金属、マンガン、コバルト、クロム、ニッケル、鉄などの卑金属、酸化物、塩などを例示できる。

【0013】

触媒活性成分は湿式ミルなどの公知の方法でスラリー化してモノリス担体に担持する。本発明で用いることのできるスラリーには、担体のセル内を上昇できれば特に制限はされないが、前記酸化アルミナなどの無機酸化物を少量の無機または有機の酸を含む水溶液を用いてスラリー化したもの、前記アルミナなどの無機酸化物と白金の塩などの触媒成分を少量の無機または有機の酸を含む水溶液を用いてスラリー化したものなどが例示できる。本発明における液状物には、上記のスラリーの他に、触媒成分を水溶液としたものも含まれる。

10

【0014】

また、多層被覆触媒の被覆も含まれる。多層被覆触媒とは、同種または異種の触媒活性成分を多段階で被覆した触媒である。高耐熱性触媒や高性能触媒などにおいては、二層などの複数被覆触媒は一般的である。

【0015】

次に、図面を用いて本発明の内容をより詳細に説明する。

【0016】

図1は担体を保持する一例を説明するための部分断面図である。円筒形の担体を代表例として担体の保持方法について説明する。図1において、担体4を挿入可能な形状を有し、その内面に該担体4を側面から圧迫する少なくとも一つの浮き輪状保持具2を備える中空の架台3を予め準備する。

20

【0017】

担体4をスラリー（図示せず）などで含浸するために、担体4を保持、さらには担体4の側面をシールするために浮き輪状保持具2を用いる。浮き輪状保持具2は空気などのガスを入れて膨らますことにより担体4を保持することから、ゴムなどの弾性材料製である。ガスは浮き輪状保持具2の外側面に設けられたノズル5から入れる。浮き輪状保持具は下端部の1箇所を設置して用いることも可能である。

【0018】

中空の架台3の内形状は担体が挿入できれば特に制限はされないが、担体の外形と相似形とすることが好ましい。具体的には、担体の外形が円形であれば、該架台の内面は円筒形とする。このような構成とすることにより、担体を保持する際に浮き輪状保持具2を膨らませることにより、担体4を側面全体から均一に保持し、さらに担体側面をシールすることができるからである。

30

【0019】

次に、担体4を含浸装置1の上方から含浸装置1内に入れ、担体4の下端部に相当する位置に達した時に、担体4の移動を停止し、浮き輪状保持具2bを膨らませて担体4を固定する。浮き輪状保持具2bを膨らませそのまま維持する。その後、担体上端部についても同様に浮き輪状保持具2aを膨らませて固定する。これで、担体がスラリー含浸装置に固定されたことになる。

40

【0020】

次に、スラリーを代表例として担持方法について説明する。図2はスラリーを担体に担持するスラリー含浸装置の一例の部分断面図である。図2において、中空の架台23内のスラリー26はピストン（図示せず）型などの公知の送液装置の働きにより、架台23内を上昇する。スラリー26のモノリス担体24内の上昇は、該担体上方から水分センサー27により監視し、検知する。水分センサー27の位置はモノリス担体の上方に位置し、モノリス担体との距離は水分センサー27の精度、スラリーの色などを考慮して適宜決定することが好ましい。

【0021】

50

水分センサー 27 は、水分 (OH 基) が吸収する波長の光を発光し、その反射光の強度低下により水分を検出する原理のものをいう。例えば、赤外レーザーダイオードを用いて発光させ、その光を目的とする担体近傍に照射し、反射した光をフォトダイオードで受けて光の強度の低下を評価する。水分が存在する場合には、照射された光が水に吸収されて反射光の強度が低下することから水分の存在を検知できる。したがって、水分自体および水分を含むものの検出に利用できる。

【0022】

さらに、水分センサーをセットする位置は、検知できれば担体 24 上端面に対して、真上でも斜め上でもよい。

【0023】

このように、水分センサー 27 を用いるとスラリー 26 位置を精度よく検知できるので、その情報に基づいてスラリー 26 の送液速度を制御、停止することにより、スラリーを担体 24 上端面から溢れさせることなく停止できる。担体 24 上端面をスラリーで完全に被覆した後、余分のスラリーを担体の下端部から吸引するかまたは担体上方からブローすることにより下降させて、スラリーの被覆を終了する。

【0024】

含浸装置からの担体の取り外しは、浮き輪状保持具のガスを抜いて行う。

【0025】

その後、従来公知の方法により乾燥する。必要により焼成して触媒を完成させる。

【0026】

なお、これらの一連の操作はそれぞれ単独で行うこともできるが、連続して自動的に行うこともできる。

【0027】

図 3 はスラリーを担体に担持するその他のスラリー含浸装置の部分断面図である。図 3 において、硬質の樹脂製からなる中空の架台 33 内のスラリー 36 はピストン (図示せず) 型などの公知の送液装置により、架台 33 内を上昇する。上昇したスラリー 36 が担体 34 と架台 33 の間から漏れると、スラリー 36 が担体 34 および架台 33 に付着して高価なスラリーの損失となるために好ましくなことから、担体 34 と架台 33 の間にはゴム、プラスチックなどの弾性体からなる保持具 38 を用いて液密としてスラリー 36 の外部への漏洩を防止してある。

【0028】

水分センサー 37 を用いて、図 1 と同様に液面を制御してスラリーを担持し、乾燥し、必要により焼成して触媒とする。

【0029】

図 4 はスラリーを担体に担持する別のスラリー含浸装置の部分断面図である。図 4 において、担体 44 を保持するゴムなどの弾性材料からなる担体保持具 48 からなっているので、担体と密着して保持でき、スラリー 46 が上昇してきたとしても該スラリー 46 は担体 44 と担体保持具 48 の間から漏洩することがないので、高価な材料を含むスラリー 46 をロスすることなく使用または再使用することが可能である。

【0030】

担体保持具 48 はステンレスなどのスラリーと相互作用をおこさない材料からなる架台 43 に固定されている。

【0031】

スラリー 46 は、ピストンなどの公知の送液装置手段 (図示せず) により、担体保持具 48 内を上昇する。

【0032】

水分センサー 47 を用いて、図 1 と同様に液面を制御してスラリーを担持し、乾燥し、必要により焼成して触媒とする。

【0033】

担体の保持または含浸装置は、水分センサーを除けば、その他の公知の装置を用いること

10

20

30

40

50

も可能である。

【0034】

水分センサーを用いて液面を制御してスラリーを担持する方法を自動化する方法も本発明の範囲内に含まれる。

【0035】

【実施例】

以下、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

(実施例1)

デンソー製モノリス担体(400 c p s i / 6 m i l)を図2に示すスラリー含浸装置にセットした。水分センサーを担体近傍に設置した。

10

【0036】

次いで、Pd系の触媒活性成分を含んだスラリーを担体下端部から圧入した。このスラリーの比重は1.600 g / m l、粘度は500 c p sであった。スラリーを圧入する際のスラリー送流速度は、3,000 L / h rであった。

【0037】

スラリーが担体の上端面付近に上昇して、スラリー中の水分を水分センサーが検知して、スラリー液面の上昇を停止した。

【0038】

このときの担体上端面は、スラリーが完全に被覆され、側面へのオーバーフローは見られなかった。

20

(実施例2)

スラリー送流速度が2,800 L / h rであることを除いては、実施例1と同様に担体にスラリーを被覆した。このときの担体上端面は、最外周から3セルを除いて、スラリーが被覆されていた。

(実施例3)

スラリー送流速度が1,000 L / h rであることを除いては、実施例1と同様に担体にスラリーを被覆し、担体上端面から5 mm程度を未担持とした。

(実施例4)

スラリー粘度が1,000 c p sであることを除いては、実施例1と同様に担体にスラリーを被覆し、担体上端面から5 mm程度を未担持とした。

30

(実施例5)

実施例1で調製した触媒を、図2に示されるスラリー含浸装置に再度セットした。

【0039】

次に、Rh系の触媒活性成分を含んだスラリーを触媒下端から圧入した。このスラリーの比重は1.300 g / m l、粘度は150 c p sであり、スラリーを圧入する際のスラリー送流速度は2,500 L / h rであった。

【0040】

スラリーが担体の上端面付近に上昇して、スラリー中の水分を水分センサーが検知して、スラリー液面の上昇を停止した。

40

【0041】

その結果、スラリーが触媒上端面から溢れて側面に付着することなく装置を停止できた。このときの触媒上端面は、最外周から3セルを除いてスラリーが被覆されていた。

(比較例)

モノリス担体(400 c p s i / 6 m i l)をスラリー含浸装置にセットした。

【0042】

次いで、Pd系の触媒活性成分を含んだスラリーを担体下端部から圧入する。このスラリーの比重は1.600 g / m l、粘度は500 c p sであった。スラリーを圧入する際のスラリー送流速度は、3,000 L / h rであった。

【0043】

50

スラリーの液面の検知を従来のレーザーセンサーを用いて行った。レーザーセンサーでは、担体上端面を越えないと検知できなかつたので、スラリーがオーバーフローし、担体側面に付着した。

【 0 0 4 4 】

以上に示すように、従来のレーザーセンサーでは、スラリーの液面の停止位置を制御することが不可能であったのに対し、本発明においては、水分センサーの精度やスラリー粘度、圧入速度などの条件を最適化することにより、液面停止位置を未担持、オーバーフローなど制御することが可能となる。

【 0 0 4 5 】

【発明の効果】

本発明によれば、水分センサーを用いることにより、水分の有無に基づいて液面が確認できるので、周囲の明暗などの環境の影響をほとんど受けることなく、担体内および担体上端面近傍における液状物の液面位置を精度よく検知できるので、従来法では問題であった液状物の担体上端面からのオーバーフローによる担体側面、含浸装置への液状物の付着により、高価な液状物のロス、汚れなどの問題を解消でき、被覆の安定性、液状物ロスの低減などにより生産コストの低減が可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】は、担体を保持するための一例を説明するための部分断面図である。

【図 2】は、スラリーを担体に担持するスラリー含浸装置の一例の部分断面である。

【図 3】は、スラリーを担体に担持するその他のスラリー含浸装置の部分断面図である。

【図 4】は、スラリーを担体に担持する別のスラリー含浸装置の部分断面図である。

【符号の説明】

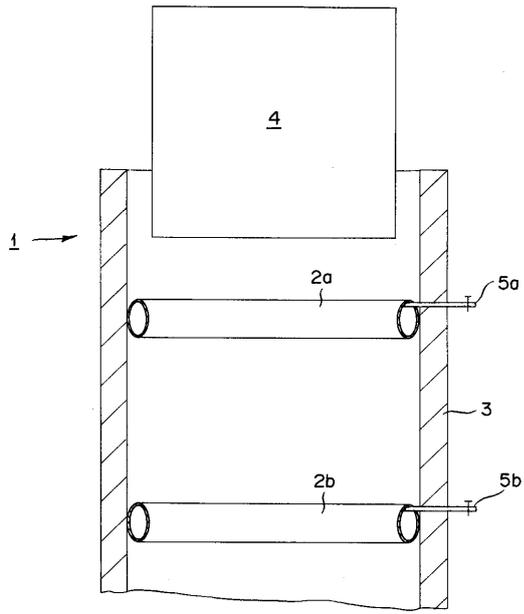
- 1、2 1、3 1、4 1 ... 含浸装置
- 2 a、2 b、2 2 a、2 2 b ... 浮き輪状保持具
- 3、2 3、3 3、4 3 ... 架台
- 4、2 4、3 4、4 4 ... 担体
- 5 a、5 b、2 5 a、2 5 b ... ノズル
- 6、2 6、3 6、4 6 ... スラリー
- 2 7、3 7、4 7 ... 水分センサー
- 2 8、4 8 ... 保持具

10

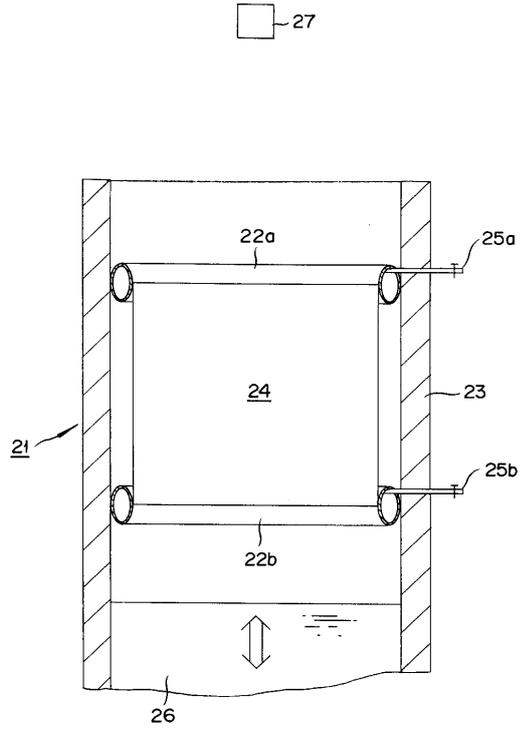
20

30

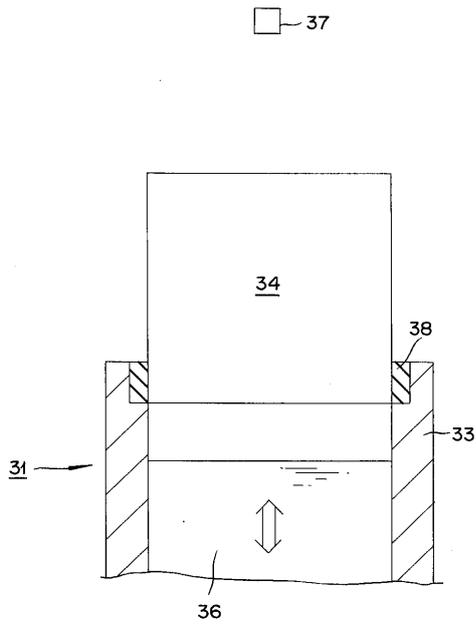
【図1】



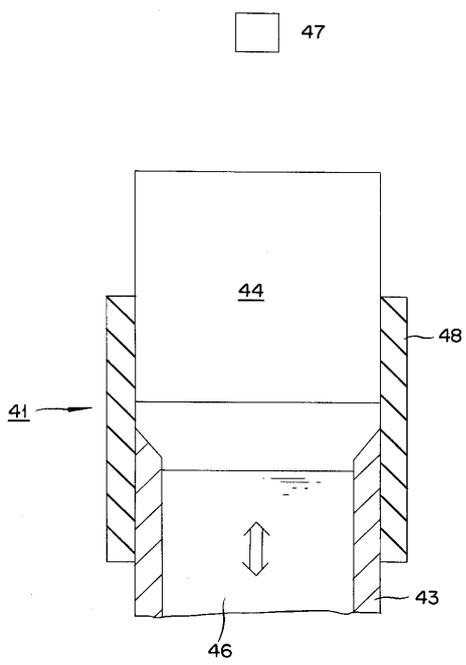
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

- (74)代理人 100072349
弁理士 八田 幹雄
- (74)代理人 100110995
弁理士 奈良 泰男
- (74)代理人 100114649
弁理士 宇谷 勝幸
- (72)発明者 谷口 茂良
兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 株式会社日本触媒内
- (72)発明者 堀内 真
兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 株式会社日本触媒内
- (72)発明者 垣見 隆悟
兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 株式会社日本触媒内

審査官 廣野 知子

- (56)参考文献 特開平03-157142(JP,A)
特開平07-328454(JP,A)
特開平07-289918(JP,A)
特開平10-077831(JP,A)
特開昭62-177418(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B01J 21/00-38/74
B01D 53/86,53/94