(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2017-530003
(P2017-530003A)
(43)公表日　平成29年10月12日(2017.10.12)

(51)Int.Cl.		F I			テーマコード（参考）
B01J 37/02	***(2006.01)***	B01J	37/02	101C	3G091
B01J 35/04	***(2006.01)***	B01J	37/02	301D	4D148
B01D 53/94	***(2006.01)***	B01J	35/04	301G	4G169
F01N 3/28	***(2006.01)***	B01D	53/94		
		F01N	3/28	Q	

審査請求 未請求　予備審査請求 未請求　（全 15 頁）

(21)出願番号　特願2017-516866 (P2017-516866)
(86)(22)出願日　平成27年9月11日 (2015.9.11)
(85)翻訳文提出日　平成29年3月28日 (2017.3.28)
(86)国際出願番号　PCT/EP2015/070792
(87)国際公開番号　WO2016/050483
(87)国際公開日　平成28年4月7日 (2016.4.7)
(31)優先権主張番号　PCT/EP2014/070813
(32)優先日　平成26年9月29日 (2014.9.29)
(33)優先権主張国　欧州特許庁 (EP)

(71)出願人　501399500
ユミコア・アクチエンゲゼルシャフト・ウント・コムパニー・コマンディットゲゼルシャフト
Ｕｍｉｃｏｒｅ　ＡＧ　＆　Ｃｏ．ＫＧ
ドイツ連邦共和国　ハーナウ　ローデンバッハー　ショセー　４
Ｒｏｄｅｎｂａｃｈｅｒ　Ｃｈａｕｓｓｅｅ　４，Ｄ－６３４５７　Ｈａｎａｕ，Ｇｅｒｍａｎｙ
(74)代理人　100108453
弁理士　村山　靖彦
(74)代理人　100110364
弁理士　実広　信哉

最終頁に続く

(54)【発明の名称】高速の均質コーティングプロセス

(57)【要約】
本発明は、排ガス触媒の生成プロセスに関する。特に、前記プロセスは最終的にコーティング時間を減少させるやり方で基材をコーティングする方法について記載する。

【特許請求の範囲】
【請求項１】
特に自動車用の排気ガス浄化触媒の製造のために、基材（１）を均質にコーティングする方法であって、前記基材は円筒状基材であり、またそれぞれが２つの端面、円周面および軸方向長さＬを有し、かつ第１端面から第２端面まで多数のチャネルが通過し、液体コーティング媒体でコーティングされ、重力に抗し、
前記液体コーティング媒体（１１３）の、下方（７）からの前記基材への導入が、軸方向長さの一部から前記基材末端部へのコーティング速度が、前記液体コーティング媒体の前記基材（１）への最初の導入における速度と比較して減少するような方法で制御され、かつ
前記コーティングチャンバにおける前記コーティングの高さが、前記液体コーティング媒体（１１３）が前記基材に入る前に、導電率センサ（４）によりチェックされ、かつ
前記液体コーティング媒体の前記導入の初めにおける前記コーティング速度が、０．１ｍ／ｓ以上であり、かつ
前記基材の半分が既に前記液体コーティング媒体によって濡れるより以前に、コーティング速度の前記減少が始まらない、コーティングプロセス。
【請求項２】
前記液体コーティング媒体の前記基材への前記最初の導入における、前記コーティング速度が、前記液体コーティング媒体が前記基材（１）の最上部に出現する少し前の前記コーティング速度と比較して、少なくとも２倍の規模である、請求項１に記載のプロセス。
【請求項３】
前記基材の９５％地点での前記コーティング速度を、前記液体コーティング媒体が前記基材（１）の最上部に出現する少し前の前記コーティング速度とする、請求項２に記載のプロセス。
【請求項４】
前記コーティングチャンバにおける前記コーティングの高さが、前記液体コーティング媒体（１１３）が前記基材に入る前に、導電率センサ（４）によりチェックされる、請求項１に記載のプロセス。
【請求項５】
前記基材の最上部に出現する前記液体コーティング媒体（１１３）が、視覚センサ（５）により監視される、請求項１に記載のプロセス。
【請求項６】
前記基材が、膨張式シール（１０）により下端面ならびに上端面両方で前記コーティングステーションに固定される、請求項１から５のいずれか一項に記載のプロセス。
【請求項７】
前記液体コーティング媒体（１１３）の前記粘度が２～２００ｍＰａ・ｓである、請求項１から６のいずれか一項に記載のプロセス。
【請求項８】
液体（１０３）を充填され、ピストン（１０１）を有するシリンダ（１０２）を有し、前記液体で充填されたシリンダ（１０２）がタンク（１１２）と連通し、タンクの内部では、前記ピストン（１０１）が移動するときに、移動体（１１１）が前記液体（１０３）によって比例して移動するように当該移動体（１１１）が配置され、前記タンク（１１２）は前記基材（１）用のコーティング装置（３）と連通し、前記移動体（１１１）が、前記液体コーティング媒体（１１３）に作用し、その結果として、前記コーティング装置（３）内の液体コーティング媒体（１１３）の高さに比例して変化をもたらす装置が使用される、請求項１から７のいずれか一項に記載のプロセス。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、排ガス触媒の生成プロセスに関する。特に、前記プロセスは最終的にコーテ

ィング時間を減少させるやり方で基材をコーティングする方法について記載する。

【背景技術】

【０００２】

燃料燃焼は完全ではなく、未燃炭化水素（ＨＣ）、一酸化炭素（ＣＯ）、窒素酸化物（$ＮＯ_x$）、および微粒子状物質（ＰＭ）などの汚染物質の排出を引き起こすことは、燃焼機関の分野において周知である。空気質を改善するため、排出規制法が、固定用途および移動汚染源からの汚染物質の排出を低減するように整備されている。乗用車などの移動汚染源に関しては、既に主要処置により汚染物質の排出を減少させることができた。例えば、主要措置として燃料と空気の混合を改善したことで、汚染物質の大幅な削減をもたらした。しかしながら、長年にわたって一層厳重な規制が導入されてきたため、二次措置として不均一系触媒の使用は避けられなくなってきた。

【０００３】

これらの不均一系触媒の製造の重要な態様としては、例えば、コーティング長さ、塗布されたコーティング量、コーティング層の平坦性、コーティング長さの均一性および長手方向軸線に沿ったコーティング勾配を考慮して、使用される基材を精密にコーティングすることである。これを達成するために、現在まで、好ましくは可能な限り少ない回数で、十分にコーティングされた一体構造体の提供を試みようと、幾つかのコーティング戦略が採用されてきた。

【０００４】

基材をコーティングするために可能なことの１つとして、基材の片側の開口部をコーティング媒体と接触させて、基材の反対側を減圧することにより、液体コーティング媒体を基材の開口部、例えば、チャネルを通じて引き込むものがある。チャネルの長さの一部だけに沿ってコーティングすることを意図する場合、チャネルからチャネルへ発生する不可避の個々の流動プロファイルのため、異なるチャネルが異なる長さにわたってコーティングされることは不都合である。

【０００５】

コーティング媒体が重力に抗する圧力によってチャネルに押し込まれる場合、チャネル全体のコーティングまたは均質コーティングについて、液体がいつ最上部に出現するかを（通常はセンサによって）更にチェックする必要がある。しかし、この場合もまた、モノリスのチャネル内部でコーティングが不均質となり得る。例えば、高速コーティングが確立する場合、基材の周辺部ではなくむしろ中央の、一層のウォッシュコート速度を伴う層流で、ウォッシュコートがチャネルに入り込む可能性がある。この場合、基材中央のウォッシュコートが最上部に発生し、かつ部分的にコーティングされた基材をもたらすということが最初に検出される。高速故に、同様に、センサが検出し得かつそれに応じて信号を送り、また部分的にコーティングされた基材のみをもたらす場合のある、基材の最上部から来るウォッシュコートの液飛びを伴う可能性がある。

【０００６】

ドイツ特許第１０２０１０００７４９９Ａ１号では、それぞれが２つの端面、円周面、および軸方向長さＬを有し、更に第１端面から第２端面まで多数のチャネルが通過する円筒状基材が液体コーティング媒体でコーティングされている、好ましいコーティング機器および方法が開示されている。問題の機器は、液体で充填されたシリンダを有するとともにピストンを有し、前記液体で充填されたシリンダはタンクと連通し、タンクの内部では、ピストンが動くときに、液体により比例して移動するような方法で、移動体が配置される。タンクは基材用のコーティング装置と連通し、それによって移動体が液体コーティング媒体に作用し、その結果として、コーティング装置内の液体コーティング媒体の高さが比例して変化する（当該出願の図１参照）。コーティングチャンバ内のスラリー表面の位置が特定の高さに達したかどうかをチェックするために、２つのセンサが、コーティング装置内で同じ高さに配置される。

【０００７】

コーティングプロセスの促進を考慮すると、１つの非常に重要な要素はコーティング液

が基材に供試され得る速度である。この速度は、ウォッシュコートスラリーまたは液体媒体が、その長手方向軸線に沿って基材の前面に浸透する速度として定義される。

【０００８】

欧州特許第１１８０３９８Ａ２号では、３０００Ｌ／ｈｒのコーティング速度が記載されている実施例１で、モノリス基材をコーティングするプロセスが開示されている。本方法では、モノリスのコーティング長さにわたってコーティング速度は変化しないが、吹付けられたスラリーが上面付近で上昇する場合に抑制されるという、重力に抗する古典的なコーティングアプローチが使用されるという事実の他に、直径１１８．４ｍｍおよび約９０％の空面（コーティング液に対する壁を有さない）を有する通常のモノリス用のコーティング速度０．０８ｍ／ｓに変わることが記載されている。

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【０００９】

特に自動車用の排気ガス浄化触媒の製造のために、円筒状基材であってかつそれぞれが２つの端面、円周面および軸方向長さＬを有し、また重力に抗して液体コーティング媒体を伴い第１端面から第２端面まで多数のチャネルが通過する基材を均質にコーティングするプロセスにおいて、液体コーティング媒体の基材への最初の導入における速度と比較して、軸長の一部から基材の端部へのコーティング速度が減少するような方法で、下方からの液体コーティング媒体の基材への導入が制御され、同時に一定の速度を伴う通常のコーティングと比較して、より良好なコーティング性能と共にコーティング時間の大幅な減少が実現できる、ということが見出された。例えば、基材の長手方向軸線に沿ったコーティングにおいて、勾配に関する均一性が大幅な程度で低減し得る、ということが判明している。

【００１０】

コーティング速度の減少は、当業者により実施することができる。例えば、まず基材の長手方向軸線の特定部分に沿った、下方からの基材チャネルのコーティングにおける高速度から始まり、新しいウォッシュコート／液体コーティング媒体の導入速度は、次に線状曲線、双曲線、放物曲線、指数曲線および対数曲線からなる群から選択される速度減少の曲線型に従って減少する。好ましいコーティング方法では、基材の半分が既に液体コーティング媒体によって濡れるより以前に、コーティング速度の減少は始まらない。より好ましくは少なくとも７５％、最も好ましくは少なくとも８０％、最高に好ましくは少なくとも９０％の基材の長手軸方向の長さが、上述の型に従って速度の減少が開始するより前に高速でコーティングされるのが好ましい。

【００１１】

コーティング速度の減少は、液体コーティング媒体が基材に最初に導入され、かつ液体コーティング媒体が基材の最上部に出現する、即ち、コーティング媒体の導入が抑制される少し前に効果がある速度で確定される。好ましい実施形態では、基材の９５％、好ましくは９７％、最も好ましくは９８％が液体コーティング媒体によりコーティングされている場合に、液体コーティング媒体が基材の最上部に出現する少し前の時点に達する。

【００１２】

本プロセスの更に有利な態様では、液体コーティング媒体の基材への最初の導入におけるコーティング速度は、液体コーティング媒体が基材の最上部に出現する少し前、－例えば－基材のコーティング長さが９５％であるときのコーティング速度と比較して少なくとも２倍、より好ましくは少なくとも３倍、より好ましくは少なくとも４倍の規模である。

【００１３】

本プロセスの別の有利な態様では、液体コーティング媒体の基材への最初の導入におけるコーティング速度は、液体コーティング媒体が基材の最上部に出現する少し前、－例えば－基材のコーティング長さが９７％であるときのコーティング速度と比較して少なくとも２倍、より好ましくは少なくとも３倍、より好ましくは少なくとも４倍の規模である。

【００１４】

本プロセスの更に別の有利な態様では、液体コーティング媒体の基材への最初の導入におけるコーティング速度は、液体コーティング媒体が基材の最上部に出現する少し前、－例えば－基材のコーティング長さが９８％であるときのコーティング速度と比較して少なくとも２倍、より好ましくは少なくとも３倍、より好ましくは少なくとも４倍の規模である。

【００１５】

液体コーティング媒体導入の始めにおける高速コーティング速度の絶対値は、コーティングされる基材の種別によるが、０．１ｍ／ｓ、更に良いのは０．２ｍ／ｓ、更により好ましくは０．３ｍ／ｓを超えるか、または等しい。上限値は使用する装置および基材によってのみ得られるが、０．５ｍ／ｓ、好ましくは０．４ｍ／ｓを超えない場合もある。

【００１６】

更に好ましい態様では、本プロセスは、コーティングチャンバまたはコーティング装置におけるウォッシュコートまたは液体コーティング媒体のコーティングの高さが、基材に導入される直前にチェックされるように設計されている。これにより、そこから本発明に従って実施することができる基材のコーティングにおいて、精密なオンセットが発生する。コーティングの減速が開始されなければならない時点で極めて正確に合わせるという観点から、精密な始点は重要である。コーティングの高さは、当業者に周知の手段によりチェックすることができる。通常、液体コーティング媒体の高さは、電気センサ、視覚センサ、容量センサ、ＩＲ－センサおよび振動センサからなる群から選択される特定のセンサにより、監視される。本プロセスにおけるより好ましい方法では、コーティング装置におけるコーティングの高さは、液体コーティング媒体が基材に入る前に導電率センサによりチェックされる（この関係におけるドイツ特許第１０２０１０００７４９９Ａ１号、図１参照）。本発明の非常に好ましい実施形態では、コーティング装置におけるコーティングの高さは、欧州特許第１４１７１９３８．５号に記載されているように、センサ系により監視される。センサが液体コーティング媒体を検出し次第、シグナルが中央演算処理装置にもたらされ、高速コーティングの始点が確定する。

【００１７】

既に示したように、基材の最上部にコーティングスラリーまたは液体コーティング媒体が出現した時点で、本発明の液体コーティング媒体の導入が終了する。これは、当業者に周知の特定の種類のセンサにより、再度測量することができる。特に、この関係において、好ましくは光学センサまたは超音波型センサを選択することができる（ｈｔｔｐ：／／ｗｗｗ．ｂａｕｍｅｒ．ｃｏｍまたはｈｔｔｐ：／／ｗｗｗ．ｓｉｃｋ．ｃｏｍ）。それらは基材より上に置かれることが好ましく、基材の上に液体コーティング媒体が出現するのを監視するのに役立つ。液体コーティング媒体が基材の上に到達し次第、シグナルが中央演算処理装置にもたらされる。

【００１８】

本発明が好ましくは実施され得る装置は、各センサにより送信されるシグナルに基づいて本コーティングプロセスを全く自動的に操縦する、中央演算処理装置を更に含んでよい（欧州特許第１４１７１９３８．５の図１およびここでの開示もまた参照）。非常に好ましい様式では、本発明は、上記で引用された周辺条件に従って、説明した系それ自体が学習してコーティングプロセスを最適化するよう設計される。異なるコーティングキャンペインで使用される異なる基材（例えば、金属またはセラミック）のために、例えば、達成し得る最も理想的な結果を得ようと、系それ自体が初期のコーティング速度、コーティング速度を減速する位置、およびコーティング速度減速の量を採用するということが、極めて有用であると考えることができる。従って、第１基材を新しいキャンペインに供試する一方、有利には、最良のコーティング条件を全く自動的に計算するように系がプログラムされる。各基材におけるコーティングの差が基材から基材へと最小になる、および／または基材におけるコーティングのために与えられる規格が、可能である最大の基材量を満たす場合に、最良のコーティング結果が実現する。この実行のためにプログラムされる自己学習ソフトウエアは、当業者の知見に基づいている。後者の態様は、キャンペインの間に

液体コーティング媒体を変えることができ（例えば、粘度において）、また例えばコーティング速度を適合させることにより、今しがた説明した自動化された電子系がこの変更を補うことができ、かつ想定される理想的なコーティング規格からの偏差が少ないコーティング基材を供給する、という事実の観点から更により有利である。

【００１９】

コーティング工程が終了し次第、コーティングスラリーまたは液体コーティング媒体が基材の最上部に出現するということは、既に重視されている。この動作はセンサによっても監視される（上記参照）。スラリーが基材からはみ出していることを各センサが示し次第、当該各センサを介して信号が送られた後に中央演算処理装置により新しい液体コーティング媒体の導入が停止する。しかし、非常に早い速度がコーティングプロセスで適用される故に、多少のスラリーが基材から流出して、例えば基材の外側周縁を汚すということが起こり得る。この材料は触媒の損失となり、従って無駄となってしまう。液体コーティング媒体中にＰＧＭが存在する場合、大規模な製造キャンペインにおいてはこの材料の無駄が大変なコストとなり得る。従って、好ましい実施形態では、コーティングされる基材は、膨張式シールにより、当該基材の円周面においてその下端部ならびにその上端面の両方で、コーティングステーションに固定される。これは、最上部シールによるその遮断によって、液体コーティング媒体による円周面の汚れを防止するのに役立つ（図１参照）。余剰液体コーティング媒体は、このように基材の最上部に残り、そしてその後の吸引工程において単に基材内へと引き込まれる。

【００２０】

本発明の別の好ましい態様では、液体コーティング媒体は２～２００ｍＰａ・ｓの粘度率を備える。特に好ましいのは、液体（１０３）を充填され、ピストン（１０１）を有するシリンダ（１０２）を有し、前記液体で充填されたシリンダ（１０２）がタンク（１１２）と連通し、タンクの内部では、前記ピストン（１０１）が移動するときに、移動体（１１１）が前記液体（１０３）によって比例して移動するように当該移動体（１１１）が配置され、前記タンク（１１２）は前記基材（１）用のコーティング装置（３）と連通し、前記移動体（１１１）が、前記液体コーティング媒体（１１３）に作用し、その結果として、前記コーティング装置（３）内の液体コーティング媒体（１１３）の高さに比例して変化をもたらす装置が使用される、本発明のプロセスである。

【００２１】

本コーティングプロセスのために利用することができる前記基材は、当業者に周知である。好ましくは、本発明に従ってコーティングされる基材は、いわゆるウォールフローフィルタまたは流動モノリスである。ここで使用される基材は通常触媒を調製するために使用されるこれらの材料でできていてもよく、セラミックまたは金属ハニカム構造を含むのが好ましい。

【００２２】

通路がそこを通る流量を受け入れるように、基材の入口または出口面からそこをとおり抜けて延びる微細な、平行のガス流路を有するタイプのモノリシック基材などの好適な基材を使用することができる（ハニカム型流通基材と称される）。通路を通って流れているガスが触媒材料と接触するように、流入口から流出口へ本質的に真直ぐな経路である通路は触媒材料がウォッシュコートとしてその上またはその中にコーティングされる壁によって画定される。モノリス基材の流路は薄壁のチャネルであって、台形、長方形、正方形、正弦波形、六角形、楕円形、円形、その他などの任意の好適な横断面形とサイズであり得る。このような構造は、断面積の平方インチ当たり約４００～９００のガス吸気口開口部（即ちセル）、またはより多くのガス吸気口開口部を含んでよい（６２～１４０セル／ｃｍ^2）。

【００２３】

セラミック基材は任意の好適な耐火性材料、例えば、コーディエライト、コーディエライト－アルミナ、窒化シリコン、ジルコンムライト、スポジュメン、アルミナ－シリカマグネシア、ジルコンシリケート、シリマナイト、マグネシウムシリケート、ジルコン、ペ

タライト、アルミナ、アルミノシリケートなどでできていてもよい。また、本発明の触媒複合体に対して有用な基材は本質的に金属であってもよく、１つ以上の金属または金属合金からなる。金属基材は波形シートまたはモノリス形状などの種々の形状で使用され得る。好ましい金属担体としては、チタンおよびステンレス鋼、並びに鉄が大部分のまたは主要な構成成分である、その他の金属合金などの耐熱性金属および合金が挙げられる。かかる合金は１種以上のニッケル、クロムおよび／またはアルミニウムを含むことができ、これらの金属の総量は、有利には、少なくとも約１５重量％の合金、例えば、約１０～２５重量％のクロム、約３～８重量％のアルミニウムおよび最大約２０重量％のニッケルを含むことができる。合金は、また、例えばマンガン、銅、バナジウム、チタンなどの少量のまたは微量の１種以上の他の金属を含み得る。基材表面上に酸化物層を形成することにより合金の耐腐食性を向上させるために、金属基材の表面は、例えば、約１０００℃以上の高温にて酸化され得る。かかる高温による酸化は高融点金属酸化物担体の接着性および基材に対する金属成分の触媒的促進を高めることができる。

【００２４】

基材は更に、ハニカムウォールフローフィルタであってよい。コーティング組成物を担持するために有用なウォールフロー基材は、複数の微細な、当該基材の長手方向軸線に沿って延びる実質的に平行のガス流路を有する。典型的には、各流路は、向い側の端面で閉塞される代替流路と共に、基材本体の一端で閉塞される。本発明の機器にて使用するための特定のウォールフロー基材としては、流体の流れが背圧の大きすぎる増大または物品に対する圧力低下を引き起こすことなく移動する、多孔質薄壁ハニカム（モノリス）が挙げられる。通常、清浄なウォールフロー物品の存在は、０．０３６ｐｓｉ～１０ｐｓｉの背圧を生じさせる。これらのセラミックウォールフロー基材は任意の好適な耐火性材料、例えば、コーディエライト、コーディエライト－アルミナ、窒化シリコン、ジルコンムライト、スポジュメン、アルミナ－シリカマグネシア、ジルコンシリケート、シリマナイト、マグネシウムシリケート、ジルコン、ペタライト、アルミナ、アルミノシリケートなどでできていてもよい。これらは、少なくとも５マイクロメートルの平均孔径（例えば、５～３０マイクロメートル）を有する、少なくとも４０％の多孔性（例えば、４０～７０％）を有する材料により、形成されることが好ましい。より好ましくは、基材は少なくとも４６％の多孔性を有し、また少なくとも１０マイクロメートルの平均孔径を有する。これらの多孔性およびこれらの孔径を伴う基材が上記の機器によりコーティングされる場合、コーティング組成物の適性な量が基材の細孔に取り込まれ得る、および／または基材の細孔に入り得て、優れた汚染物質の変換効率および煤煙のバーンオフを実現する。これらの基材は、依然として適性な排気流特性を保持することが可能である。即ち、触媒充填にもかかわらず、許容可能な背圧である。好適なウォールフロー基材は、例えば米国特許出願公開第４，３２９，１６２号公報に開示されている。

【００２５】

「コーティング」という表現は、触媒的活性材料および／または吸蔵成分を、上述のウォールフローフィルタまたは流動モノリスの様式で構築されてよい、実質的に不活性な基剤の上に塗布する、という意味であると理解すべきである。コーティングは実際の触媒機能を発揮し、また、非常に分散した形状で、温度の安定した、広い表面積の金属酸化物に体積する吸蔵材料および／または触媒活性金属を、通常含有する。コーティングは、通常、吸蔵材料および／または触媒活性成分の液体コーティング媒体の塗布－不活性基材壁へのウォッシュコートとも称される－により実施される。液体コーティング媒体の塗布後、担体を乾燥させ、適切な場合は高温で焼成される。コーティングは、１つの層で構成されてもよく、もしくは基材に上下に塗布される（多層形態で）および／または互いに対してオフセットである（ゾーンで）、複数の層から構成されてもよい。

【００２６】

液体コーティング媒体は、例えば、触媒活性成分またはその前駆体と、酸化アルミニウム、二酸化チタン、酸化ジルコニウム、またはそれらの組み合わせなどの無機酸化物とを含有する、自動車用の排気ガス触媒をコーティングするための懸濁液または分散液（「ウ

ォッシュコート」）であり、酸化物に、例えば、シリコンまたはランタンを添加することが可能である。バナジウム、クロム、マンガン、鉄、コバルト、銅、亜鉛、ニッケル、またはランタン、セリウム、プラセオジム、ネオジウム、プロメチウム、サマリウム、ユーロピウム、ガドリニウム、テルビウム、ジスプロシウム、ホルミウム、エルビウム、ツリウム、イッテルビウム、もしくはそれらの組み合わせなどの希土類金属の酸化物は、触媒活性成分として使用することができる。プラチナ、パラジウム、金、ロジウム、イリジウム、オスミウム、ルテニウム、およびそれらの組み合わせなどの貴金属も、触媒活性成分として使用することができる。これらの金属はまた、互いに、もしくは他の金属とともに合金として、または酸化物として存在することができる。金属は、上記の貴金属の硝酸塩、亜硫酸塩、またはオルガニルおよびそれらの混合物などの前駆体としても存在することができ、特に、硝酸パラジウム、亜硫酸パラジウム、硝酸プラチナ、亜硫酸プラチナ、または$Pt(NH_3)_4(NO_3)_2$を液体コーティング媒体内に使用することができる。約４００℃～約７００℃でか焼することで、触媒活性成分を前駆体から得ることができる。自動車の排気ガス触媒製造用基材をコーティングするために、無機酸化物の懸濁液または分散液をコーティング用に最初に使用することができ、その後、次のコーティングステップで、１つまたは複数の触媒活性成分を含有する懸濁液または分散液を加えることができる。ただし、液体コーティング媒体が、これらの成分をともに含有することも可能である。液体コーティング媒体（スラリー／ウォッシュコート）は、多くの場合３５％～５２％の固形分含有量および２～３００ｍＰａ・ｓ、好ましくは１５～２００ｍＰａ・ｓの粘度率を有する。

【００２７】

コーティングプロセスは、通常、一定のコーティングスラリーが方向（１１４）を経てコーティング装置（３）へとセンサ（４）までポンプで送り込まれて、コーティングの高さを調整する（４）のシグナルが到達すると、開始する。この間、基材（１）は上方からコーティング装置（３）の上に置かれ、かつシール（１０）を膨張させることにより堅く固定される（例えば、ドイツ特許第１０２０１０００７４９９Ａ１号、ドイツ特許第１０２０１０００８７００Ａ１号、または中国実用新案第２０１４２０１２６１４４．７号に記載されている）。これらの引用される公刊文書は、本発明の機器によるコーティングプロセスが好ましくはどのように実施され得るかに関して、有利には本開示の一部である。

【００２８】

装置（３）内に適切に充填される場合、コーティングスラリー（１１３）は、次の工程において本発明に従って更に基材（１）へと所望のコーティングに達するまで、即ち液体コーティング媒体が基材の最上部に出現してセンサ（５）により信号が送られるまで、ポンプで送りこまれる。その後に、余剰コーティングスラリーは基材（１）から下方より取り除かれ、また基材（１）は同一のウォッシュコートで再度コーティングしてよいか、またはコーティングチャンバから外されて更に処理される、例えば、別の方向から再度コーティングされる、あるいは同じ方向から異なるウォッシュコートで２度目にコーティングされる、もしくは計量、乾燥またはか焼ユニットへと進行する。

【図面の簡単な説明】

【００２９】

【図１】１　基材　２　基材固定ユニット　３　コーティング装置　４　コーティング装置の充填量監視センサ　５　基材最上部におけるコーティングスラリー出現の監視センサ　６　中央演算処理装置　７　液体コーティング媒体の流れ　１０　膨張式シール

【図２】１００　アクチュエータ　１０１　ピストン　１０２　シリンダ　１０３　液体　１０４　導管部　１１１　移動体　１１２　タンク　１１３　液体コーティング媒体　１１４　充填流方向　１２４　移動体をモニタリングするセンサ　１２５　中央演算処理装置

【発明を実施するための形態】

【００３０】

（図面の詳細な説明）

図１は、基材（１）をコーティングするための、本発明の配置を示す。コーティング機器（３）の中に、導管部（７）を介して液体コーティング媒体を充填するが、前記コーティング機器（３）は、基材（１）および装置（３）内における液体コーティング媒体の最初の量を正確に測定するためのセンサ（４）を備える。センサ（４）により測定された値は、中央演算処理装置（６）へと送達され、これに関して、上述の分析に基づいて少なくともコーティングスラリーの更なるポンピングまたは吸引を制御する。

【００３１】

コーティング機器（３）の充填流方向（７）にて、コーティング媒体を最初の量（センサ４の量）まで充填した後、センサ（５）により監視される液体コーティング媒体が基材（１）の最上部に出現した後、コーティングスラリーが戻り流方向で吸引され得、貯蔵タンクに余剰コーティング媒体をもたらして更なる使用の準備のために保持する。このために必要とされる全ての制御コマンドは、同様に、中央演算処理装置（６）から出力されるのが好ましい。

【００３２】

図２は、液体（１０３）で充填されたシリンダ（１０２）中でアクチュエータ（１００）により作動するピストン（１０１）を有し、またシリンダ（１０２）の連結部（１０４）が移動体（１１１）まで通じ、液体コーティング媒体（１１３）で充填されたタンク（１１２）内の移動体（１１１）の作動を可能にし、またコーティングユニットに連結している導管部（１１４）を有する、基材をコーティングするための本発明の配置を示す。センサ（１２４）を使用して、コーティング媒体（１１３）の移動体積と、タンク（１１２）内の移動体（１１１）の状態とを観測する。

【００３３】

センサ（１２４）によって測定された値はまた、中央演算処理装置（１２５）に送られ、中央演算処理装置は、これに関して、アクチュエータ（１００）を制御し、したがってピストン（１０１）を制御する。

【００３４】

基材をコーティングする目的で必要とされ、かつ（４）（５）および（１２４）から発せられる信号に基づく全ての制御コマンドは、同様に、中央演算処理装置（１２５［図２］，６［図１］）から出力されることが好ましい。

【００３５】

自動車のための排ガス触媒の製造に好適な完成基材は、特にその壁部分に、少なくとも長手方向チャネル軸線に沿ったコーティングの均質性が、より遅く、従って一定の速度でのコーティングと比較して優れていることを特徴とする、均一コーティングを有する。高速コーティングは、触媒ユニットあたり（ｇ／Ｌ）の触媒種の量および／またはウォッシュコートの量で、少なくとも勾配において、実際は一層の均質性を促進することが検出されている。本発明は、非常に容易にもかかわらず、驚くべきことに効果的な方法により、この結果を実現する。特別なコーティング速度プロファイルが適用されるという点で、驚くべきことに、依然として有利にもコーティング基材を備える超高速コーティング方法を用いることができる。これは、サイクルタイム（本体１つをコーティングするのに必要な時間）の短縮に大いに役立つが、他方では、規格から外れるコーティングがより少ないモノリスをも促進してしまう。従って、本発明は、排ガス触媒のコーティング工程における経済性を、大幅に向上させることを可能にする。本発明の日付における先行技術の教示によりなされるものではないことが、明らかである。

【００３６】

（実施例）

１４３．８ｃｍの直径を備える２．５　ｌ基材を、ドイツ特許第１０２０１０００７４９９Ａ１に記載された手順に従ってコーティングした。通常のコーティングプロセスを、本発明に従った高速コーティングと比較した。流出センサがコーティング媒体の導入を終了する信号を送る場合に、ウォッシュコートを停止する。

【００３７】

【表１】

ステーション試験の設定

高速コーティング	2000mL／s	加速度3000mL／s^2
通常速度コーティング	600mL／s	減速度3000mL／s^2

通常のコーティング様式		
コーティング時間	抑制時間（減速）	合計コーティング時間
（s）	（s）	（s）
4，17	0，20	4，37

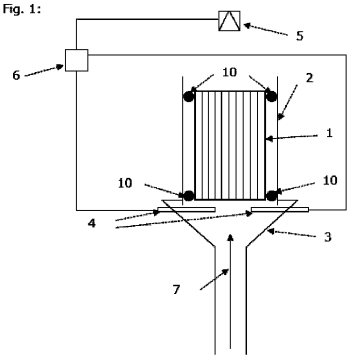
新規の高速コーティング様式				
コーティング時間高速体積80％	高速および低速間での減速	コーティング時間低速残りの体積	抑制時間（減速）	合計コーティング時間
（s）	（s）	（s）	（s）	（s）
1	0，47	0，29	0，20	1，96

【００３８】

所与の条件は、実際のコーティングプロセスに相当する。新規コーティング戦略の適用により、一部あたり大量の時間を節約できると見ることができる。高速コーティングプロセスによるコーティングの質は、一部で依然として導入されつつ、液体コーティング媒体を導入して実質的にコーティング媒体の粘度率を変化させる場合に、使用されるモノリス基材が十分に早く水を吸収できないという事実故に、通常のコーティングプロセスより大幅に良好である（６００ｍＬ／ｓ）。

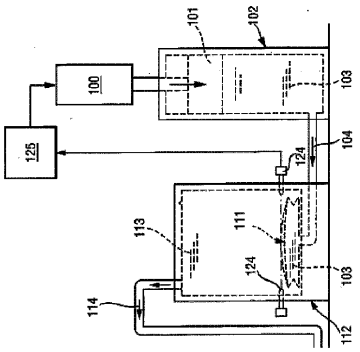
【図１】

Fig. 1:



【図２】

Fig. 2



【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2015/070792

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. B05D7/22 B01J19/24 B01J4/02 C10G1/02 C10G1/10
ADD.

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)
B05D B01J C10G

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

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 1 180 398 A2 (ICT CO LTD [JP]; INT CATALYST TECHNOLOGY INC [US]; NIPPON SHUKUBAI CO) 20 February 2002 (2002-02-20) abstract paragraphs [0006], [0007] examples 1-6 -----	1-8
X	EP 1 136 462 A1 (DMC2 DEGUSSA METALS CATALYSTS [DE] UMICORE AG & CO KG [DE]) 26 September 2001 (2001-09-26) abstract paragraphs [0011], [0015], [0019], [0026], [0034] claims 1,3,4,7 ----- -/--	1,2,4,8

[X] Further documents are listed in the continuation of Box C.

[X] 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	Date of mailing of the international search report
10 November 2015	14/12/2015

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Riederer, Florian

1

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2015/070792

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DE 10 2010 007499 A1 (UMICORE AG & CO KG [DE]) 11 August 2011 (2011-08-11) abstract paragraphs [0008], [0011], [0016], [0017], [0019], [0021], [0034], [0036] claim 6 -----	1-8

1

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/EP2015/070792

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 1180398 A2	20-02-2002	CA 2355013 A1	14-02-2002
		DE 60100381 D1	24-07-2003
		DE 60100381 T2	15-04-2004
		EP 1180398 A2	20-02-2002
		JP 3976483 B2	19-09-2007
		JP 2002059011 A	26-02-2002
		KR 20020013398 A	20-02-2002
		US 2002022572 A1	21-02-2002
		ZA 200106159 A	07-02-2002
EP 1136462 A1	26-09-2001	AT 272590 T	15-08-2004
		DE 10014547 A1	04-10-2001
		EP 1136462 A1	26-09-2001
		JP 4828711 B2	30-11-2011
		JP 2001314818 A	13-11-2001
		US 2001024686 A1	27-09-2001
DE 102010007499 A1	11-08-2011	CN 102753267 A	24-10-2012
		DE 102010007499 A1	11-08-2011
		EP 2533901 A1	19-12-2012
		JP 5785563 B2	30-09-2015
		JP 2013518708 A	23-05-2013
		KR 20120130756 A	03-12-2012
		RU 2012138256 A	27-05-2014
		US 2012321537 A1	20-12-2012
		WO 2011098450 A1	18-08-2011

フロントページの続き

(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,RO,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,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,KN,KP,KR,KZ,LA,LC,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,UA,UG,US

(74)代理人 100133400
弁理士 阿部 達彦
(72)発明者 ステファン・マッソン
フランス・Ｆ－６８１２８・ヴィラージュ・ヌフ・リュ・デ・メザンジュ・２
(72)発明者 セーリオ・マレンタケ
ブラジル・４７０３１０・アメリカーナ・ノッサ・セニョーラ・ファーチマ・１３

Ｆターム(参考) 3G091 AA02 AB01 AB13 GA06 GA16 GB01W GB01X GB04W GB05W GB10W GB17X
4D148 BB02
4G169 AA03 AA08 CA03 DA06 EA18 FA03 FB18 FB23