



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101410179 B

(45) 授权公告日 2011.08.31

(21) 申请号 200780010498.8

B01J 37/08 (2006.01)

(22) 申请日 2007.03.14

(56) 对比文件

(30) 优先权数据

095392/2006 2006.03.30 JP

JP 特开平 9-928 A, 1997.01.07, 实施例 1.
JP 特开 2000-189799 A, 2000.07.11, 实施例 2.

(85) PCT 申请进入国家阶段日

2008.09.24

CN 1457921 A, 2003.11.26, 实施例 1.

(86) PCT 申请的申请数据

PCT/JP2007/055099 2007.03.14

程昊等. Pt/Mg-Al-O 催化剂上 NO_x 的存储性能. 《催化学报》. 2004, 第 25 卷 (第 4 期), 272-276.

(87) PCT 申请的公布数据

W02007/122917 JA 2007.11.01

Ryuji Kikuchi, et al.. Partial oxidation of CH₄ and C₃H₈ over hexaaluminate-type oxides. 《Applied Catalysis A: General》. 2004, 第 281 卷 61-67.

(73) 专利权人 卡塔勒公司

地址 日本静冈

专利权人 大发工业株式会社

审查员 丁德宝

(72) 发明人 松枝悟司 木村希夫 田中裕久

上西真里

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限

责任公司 11219

代理人 樊卫民 郭国清

(51) Int. Cl.

B01J 23/42 (2006.01)

B01D 53/94 (2006.01)

B01J 23/58 (2006.01)

B01J 37/04 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图 1 页

(54) 发明名称

废气净化用催化剂及其制造方法

(57) 摘要

本发明的目的在于提供即使在高温且氧浓度高的气氛气体中使用时也不容易发生活性下降的废气净化用催化剂。本发明的废气净化用催化剂含有碱土金属与铝的复合氧化物和铂,所述复合氧化物的至少一部分和所述铂的至少一部分形成固溶体。

1. 一种废气净化用催化剂,其含有碱土金属与铝的复合氧化物和铂,其中,铂的含量为 0.01 重量%~10 重量%,所述复合氧化物的至少一部分和所述铂的至少一部分形成固溶体,且形成固溶体的铂在所有铂中所占的比例为 10%~80%。

2. 如权利要求 1 所述的废气净化用催化剂,其中,所述复合氧化物是镁与铝的复合氧化物。

3. 如权利要求 1 所述的废气净化用催化剂,其中,所述复合氧化物的晶体结构是尖晶石结构。

4. 如权利要求 1 所述的废气净化用催化剂,其中,所述复合氧化物是镁与铝的复合氧化物,所述复合氧化物的晶体结构是尖晶石结构。

5. 一种制造废气净化用催化剂的方法,包括:

在作为金属元素只含有碱土金属的氧化物粒子上担载铂的工序;

制备铝化合物和担载了铂的所述氧化物粒子的混合物的工序;

在氧化气氛气体中烧成所述混合物而得到碱土金属与铝的复合氧化物和铂的固溶体的工序,

其中,铂的含量为 0.01 重量%~10 重量%,且形成固溶体的铂在所有铂中所占的比例为 10%~80%。

废气净化用催化剂及其制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及废气净化用催化剂及其制造方法。

背景技术

[0002] 以往,作为处理汽车的废气的废气净化用催化剂,广泛使用在二氧化铈、氧化铝等无机氧化物上担载铂等贵金属而形成的三元催化剂。在该三元催化剂中,贵金属担负着促进氮氧化物的还原反应以及一氧化碳和烃的氧化反应的作用。另外,无机氧化物担负着增大贵金属的比表面积和使反应产生的热量消散而抑制贵金属的烧结的作用。

[0003] 但是,近年来,汽车等机动车辆,伴随着其发动机性能的提高,以高速行驶的机会也增加。此外,为了防止大气污染,正在加强废气排放的限制。基于上述背景,机动车辆的废气温度有日益升高的倾向。

[0004] 另外,为了抑制地球变暖,对于机动车辆要求降低二氧化碳的排放量。因此,废气净化用催化剂在被加热至高温的状态下停止对发动机的燃料供给的机会增加。

[0005] 即,废气净化用催化剂在比以往高的温度下使用和在高温下暴露于氧过量的气氛气体中的机会增加。因此,为了实现即使在上述使用环境下也发挥充分的性能的废气净化用催化剂,研究开发正在大力进行。

[0006] 例如,日本特开平 5-168926 号公报、日本特公平 6-75675 号公报和日本特开 2000-169148 号公报中记载了提高二氧化铈的热稳定性。具体而言,日本特开平 5-168926 号公报中记载了含有铂族元素、活性氧化铝、二氧化铈、钡化合物和锆化合物的废气净化用催化剂。日本特公平 6-75675 号公报中记载了催化剂担载层含有铈氧化物、锆氧化物和催化剂金属、并且这些铈氧化物和锆氧化物的至少一部分以复合氧化物或固溶体存在的废气净化用催化剂。日本特开 2000-169148 号公报中记载了由通式 $Ce_{1-(a+b)}Zr_aYbO_{2-b/2}$ 表示的铈系复合氧化物。

[0007] 另外,日本特开平 10-358 号和日本特开 2001-129399 号中记载了通过使铂以铂复合氧化物存在而抑制铂的烧结。具体而言,日本特开平 10-358 号中记载了使用含有铂和选自碱土金属元素或 IIIA 族元素的一种以上的元素的高耐热性复合氧化物的废气净化用催化剂。日本特开 2001-129399 号中记载了在无机氧化物载体上设有含有铂元素和碱土金属元素的铂复合氧化物层、并且它们之间夹着金属 X(X 是选自 Mg、Ca、Sr、Ba、La 和 Ce 的一种以上的元素)的氧化物层的废气净化用催化剂。

[0008] 但是,只提高二氧化铈的热稳定性时,在使废气净化用催化剂暴露于例如 1000℃ 至 1200℃ 的氧过量的气氛气体中的情况下,铂烧结,不能得到充分的活性。而且,为了生成热稳定性优良的铂复合氧化物,必须进行高温烧成。因此,使用铂复合氧化物的废气净化用催化剂大多比表面积小、活性不充分。

发明内容

[0009] 本发明的目的在于提供即使在高温且氧浓度高的气氛气体中使用时也不容易发

生活性下降的废气净化用催化剂。

[0010] 根据本发明的第一方面,提供一种废气净化用催化剂,其含有碱土金属与铝的复合氧化物和铂,所述复合氧化物的至少一部分和所述铂的至少一部分形成固溶体。

[0011] 根据本发明的第二方面,提供一种制造废气净化用催化剂的方法,包括:在作为金属元素只含有碱土金属的氧化物粒子上担载铂的工序;制备铝化合物和担载了铂的所述氧化物粒子的混合物的工序;在氧化气氛气体中烧成所述混合物而得到碱土金属与铝的复合氧化物和铂的固溶体的工序。

附图说明

[0012] 图 1 是简略地表示本发明一个实施方式的废气净化用催化剂的图。

[0013] 图 2 是简略地表示图 1 的废气净化用催化剂在高温条件下所表现出的状态变化的示意图。

具体实施方式

[0014] 下面说明本发明的实施方式。

[0015] 图 1 是简略地表示本发明一个实施方式的废气净化用催化剂的图。该废气净化用催化剂 1 是使粒子凝聚而得到的颗粒催化剂,在图 1 中,画出该一个粒子。该废气净化用催化剂 1 在例如 1000°C 至 1200°C 的高温条件下使用。

[0016] 图 1 的废气净化用催化剂 1 含有载体 11 和被其担载的铂 13a。

[0017] 载体 11 含有氧化物 11a 和 11c 以及化合物或组合物 11b。

[0018] 氧化物 11a 是碱土金属与铝的复合氧化物。作为碱土金属,例如可以使用镁和钙。氧化物 11a 的晶体结构例如为尖晶石结构。

[0019] 化合物或组合物 11b 是作为金属元素只含有碱土金属的氧化物、作为金属元素只含有碱土金属的氢氧化物、作为金属元素只含有碱土金属的碳酸盐或者含有上述的 2 个以上的混合物。典型的是,化合物或组合物 11b 是只含 1 种金属元素的氧化物、只含 1 种金属元素的氢氧化物、只含 1 种金属元素的碳酸盐或者含有上述的 2 个以上且只含 1 种金属元素的混合物。化合物或组合物 11b 所含的碱土元素与氧化物 11a 所含的碱土元素相同。载体 11 也可以不含化合物或组合物 11b。

[0020] 氧化物 11c 是氧化铝。载体 11 也可以不含氧化物 11c。

[0021] 上述的复合氧化物和铂形成固溶体 12。典型的是,上述的复合氧化物只有一部分与铂形成固溶体 12。以标号 A 表示碱土金属时,固溶体 12 具有例如化学式 $(A, Pt)Al_2O_4$ 或 $A(Al, Pt)_2O_4$ 所示的组成。

[0022] 在高温条件下改变气氛气体的组成时,该废气净化用催化剂 1 表现出可逆的状态变化。对此,参考图 2 进行说明。

[0023] 图 2 是简略地表示图 1 的废气净化用催化剂在高温条件下所表现出的状态变化的示意图。在图 2 中,“贫 (Lean)”所述的状态表示,例如在 1000°C 至 1200°C 的高温条件下暴露于高氧浓度气氛气体中的情况下、例如停止对发动机的燃料供给时,废气净化用催化剂 1 所呈现的状态。另一方面,“富 (Rich)”所述的状态表示,例如在 1000°C 至 1200°C 的高温条件下暴露于低氧浓度气氛气体中的情况下、例如持续地向发动机供给大量燃料时,废气净

化用催化剂 1 所呈现的状态。

[0024] 图 2 中“贫”所述的状态相当于参考图 1 进行说明的状态。但是,此时,铂 13a 的至少一部分有可能被氧化(氧化值增加)。

[0025] 该状态下,主要是铂 13a 赋予废气净化用催化剂 1 活性,固溶体 12 中的铂对活性几乎没有帮助。但是,废气净化用催化剂 1 呈现“贫”所述的状态的时间内,废气中有害成分(例如氮氧化物、一氧化碳、烃等)的浓度、即气氛气体中的有害成分浓度较低。因此,废气净化用催化剂 1 发挥出充分的性能。

[0026] 在上述的高温条件下气氛气体中的氧浓度变低时,废气净化用催化剂 1 从“贫”所述的状态变为“富”所述的状态。具体而言,铂从固溶体 12 析出,该析出的铂在固溶体 12 的表面形成铂 13b。

[0027] 废气净化用催化剂 1 呈现“富”所述的状态的时间内,废气中的有害成分浓度较高。即,在与“富”所述的状态相对应的时间内,要求废气净化用催化剂 1 有比与“贫”所述的状态相对应的时间内更高的活性。

[0028] 铂 13b 与铂 13a 相比极小。例如,铂 13a 的尺寸为数十纳米左右,与之相对,贵金属 13b 的尺寸为数纳米以下。因此,呈现出“富”所述的状态的废气净化用催化剂 1 具有比呈现出“贫”所述的状态的废气净化用催化剂 1 高的活性。因此,该废气净化用催化剂 1 即使在废气中的有害成分浓度高时也发挥出充分的性能。

[0029] 在上述的高温条件下气氛气体中的氧浓度升高时,呈现出“富”所述的状态的废气净化用催化剂 1 向“贫”所述的状态改变。即,铂 13b 和复合氧化物形成固溶体。

[0030] 这样,废气净化用催化剂 1 发生可逆的状态变化。而且,该废气净化用催化剂 1 每次从“贫”所述的状态向“富”所述的状态改变时,在固溶体 12 上形成极微小的铂 13b。因此,该状态通过发生从“富”所述的状态向“贫”所述的状态的变化及其逆变化而恢复。机动车辆中,由于废气中的氧浓度较频繁地变化,因此在高温下暴露于低氧浓度气氛气体中时,该废气净化用催化剂 1 通常显示出高活性,发挥出充分的性能。

[0031] 另外,在该废气净化用催化剂 1 中,不论气氛气体的组成和温度,铂 13a 赋予废气净化用催化剂 1 活性。因此,该废气净化用催化剂 1 除了在高温下暴露于高氧浓度的气氛气体中时发挥出充分的性能,在初期使用时或低温条件下也发挥出充分的性能。

[0032] 而且,在该废气净化用催化剂 1 中,如上所述,在高温条件下气氛气体中的氧浓度升高时,铂 13b 和复合氧化物形成固溶体。因此,该废气净化用催化剂 1 在高氧浓度气氛气体中铂的蒸发损失少。

[0033] 在该废气净化用催化剂 1 中,铝相对于碱土金属的原子比如在 1 至 12 的范围内。该原子比小或大时,复合氧化物在载体 11 中所占的比例变小。即,固溶体 12 在废气净化用催化剂 1 中所占的比例变小。因此,此时容易发生铂的烧结。

[0034] 废气净化用催化剂 1 的铂含量例如在 0.01 重量%~10 重量%的范围内,典型地在 0.1 重量%~5 重量%的范围内。铂含量小时,有时不能得到充分的催化剂活性。铂含量大时,有时容易发生铂的烧结。

[0035] 废气净化用催化剂 1 所承载的所有铂中形成固溶体的铂所占的比例(下面称为固溶体形成率),例如在 10%~80%的范围内。固溶体形成率小时,抑制以铂的烧结为起因的活性降低的效果有时变得不充分。固溶体形成率大时,初期活性有时变得不充分。

[0036] 该废气净化用催化剂 1 例如可以通过下面的方法制造。

[0037] 首先,准备碱土金属氧化物的粉末,制备它的淤浆。此时,作为分散介质,例如使用水。然后,向该淤浆中添加铂盐溶液,将其进行过滤。接着,依次进行滤饼的干燥和烧成。该烧成温度例如在 300℃ 至 800℃ 的范围内,典型地为 500℃ 左右。这样,使碱土金属氧化物粉末负载铂。

[0038] 接着,将负载了铂的碱土金属氧化物粉末与铝化合物混合。例如,将负载了铂的碱土金属氧化物粉末添加到含有铝化合物的液体中。进而,通过加热该淤浆而充分地除去液体。这样,使碱土金属氧化物粉末负载铂。作为铝化合物或含有铝化合物的液体,例如可以使用铝与无机酸的盐、铝与有机酸的盐、氧化铝溶胶、氢氧化铝和氧化铝等。

[0039] 然后,将上述的混合物在氧化气氛气体中进行烧成。该烧成温度例如在 600℃ 至 1100℃ 的范围内。通过该烧成,生成碱土金属与铝的复合氧化物,同时生成该复合氧化物和铂的固溶体。进而,将烧成后的粉末进行压缩成形,并根据需要粉碎成形物。如上得到颗粒状的废气净化用催化剂 1。

[0040] 但是,碱土金属与铝的复合氧化物难以生成与铂的固溶体。例如,即使使碱土金属与铝的复合氧化物负载铂并将其在氧化气氛气体中进行烧成,也不能生成它们的固溶体。

[0041] 与之相对,在上述方法中,首先,使碱土金属氧化物粉末负载铂,接着进一步负载铝化合物,然后在氧化气氛气体中进行烧成。这样,铂由于与碱土金属氧化物的强的相互作用,在碱土金属与铝形成复合氧化物的温度或接近其的温度下以离子存在。因此,根据该方法,能够生成碱土金属与铝的复合氧化物和铂的固溶体。

[0042] 以上以废气净化用催化剂 1 为颗粒催化剂的情况为例进行了说明,但废气净化用催化剂 1 可以是各种形态。例如,废气净化用催化剂 1 也可以是整体式催化剂。

[0043] 下面说明本发明的例子。

[0044] (例 1)

[0045] 称量比表面积为 $60\text{m}^2/\text{g}$ 的氧化镁 (MgO) 粉末 50g,将其添加到 500mL 的去离子水中。通过进行 10 分钟的超声波搅拌,使 MgO 粉末充分地分散于去离子水中,接着,向该淤浆中添加二硝基二胺硝酸铂溶液。调节二硝基二胺硝酸铂溶液的浓度和添加量,使得在作为最终产品的废气净化用催化剂中铂负载量达到 0.5 重量%。

[0046] 然后,抽滤该淤浆。将滤液供于感应耦合等离子体 (ICP) 分光分析,结果发现淤浆中的铂几乎全部存在于滤饼中。

[0047] 接着,将滤饼在 110℃ 下干燥 12 小时。然后,将其在大气中、500℃ 下烧成 1 小时。由此,使 MgO 粉末负载铂。

[0048] 然后,使硝酸铝溶解于 1600mL 的去离子水中。接着,称量负载了铂的 MgO 粉末 50g,将其添加到硝酸铝水溶液中。并且,调节硝酸铝水溶液的浓度,使得在作为最终产品的废气净化用催化剂中镁与铝的原子比达到 1:2。

[0049] 接着,将使 152g 的氨 (NH_3) 溶解在 500mL 去离子水中而得到的氨水溶液滴加到该硝酸铝水溶液中。然后,对其进行抽滤,使滤饼在 110℃ 下干燥。由此,使负载了铂的 MgO 粉末进一步负载铝化合物。

[0050] 然后,将负载了铂和铝化合物的 MgO 粉末在大气中、300℃ 下煅烧 3 小时。然后,将煅烧产物用研钵粉碎,再将由此得到的粉末在大气中、800℃ 下烧成 3 小时。由此,生成镁与

铝的复合氧化物,同时生成该复合氧化物和铂的固溶体。

[0051] 抽取如上得到的粉末的一部分,将其供于 X 射线折射分析。其结果可知,该复合氧化物的化学式由 $MgAl_2O_4$ 表示,其晶体结构为尖晶石结构。

[0052] 另外,抽取如上得到的粉末的另外一部分,将其在维持为室温的氟化氢水溶液 ($HF/H_2O = 1/4$) 中浸渍 12 小时。而且,该条件是只溶解上述粉末中作为载体的氧化物的条件。接着,过滤该溶液,将滤液供于 ICP 分光分析。其结果是,由滤液的铂含量可知,铂的 74% 形成固溶体,即固溶体形成率为 74%。

[0053] 接着,将上述粉体压缩成形。然后,将该成形物粉碎,得到粒径为约 0.5mm ~ 约 1.0mm 的颗粒状废气净化用催化剂。下面将该废气净化用催化剂称为样品 (1)。

[0054] (例 2)

[0055] 将勃姆石分散于 1000mL 的去离子水中。接着,通过与说明样品 (1) 的同样的方法称量搭载了铂的 MgO 粉末 50g,将其添加到上述的分散液中。而且,调节分散液中勃姆石的浓度,使得作为最终产品的废气净化用催化剂中镁与铝的原子比达到 1:2。然后,加热该分散液,除去水分。由此,使搭载了铂的 MgO 粉末进一步搭载铝化合物。

[0056] 在本例中,除了通过上述方法使用搭载了铂和铝化合物的 MgO 粉末之外,用与说明样品 (1) 的同样的方法制造废气净化用催化剂。下面,将该废气净化用催化剂称为样品 (2)。

[0057] 而且,在本例中,与说明样品 (1) 的方法同样,将上述粉末供于 X 射线折射分析。其结果可知,复合氧化物的化学式由 $MgAl_2O_4$ 表示,其晶体结构为尖晶石结构。另外,通过与说明样品 (1) 的同样的方法研究固溶体形成率。其结果可知,固溶体形成率为 50%。

[0058] (例 3)

[0059] 将 γ -氧化铝分散于 1000mL 的去离子水中。接着,通过与说明样品 (1) 的同样的方法称量搭载了铂的 MgO 粉末 50g,将其添加到上述的分散液中。而且,调节分散液中氧化铝的浓度,使得作为最终产品的废气净化用催化剂中镁与铝的原子比达到 1:2。然后,加热该分散液,除去水分。由此,使搭载了铂的 MgO 粉末进一步搭载铝化合物。

[0060] 在本例中,除了通过上述方法使用搭载了铂和铝化合物的 MgO 粉末之外,用与说明样品 (1) 的同样的方法制造废气净化用催化剂。下面,将该废气净化用催化剂称为样品 (3)。

[0061] 而且,在本例中,与说明样品 (1) 的方法同样,将上述粉末供于 X 射线折射分析。其结果可知,复合氧化物的化学式由 $MgAl_2O_4$ 表示,其晶体结构为尖晶石结构。另外,通过与说明样品 (1) 的同样的方法研究固溶体形成率。其结果可知,固溶体形成率为 20%。

[0062] (例 4)

[0063] 称量比表面积为 $50m^2/g$ 的氧化钙 (CaO) 粉末 50g,将其添加到 500mL 的去离子水中。通过进行 10 分钟的超声波搅拌,使 CaO 粉末充分地分散于去离子水中,接着,向该淤浆中添加二硝基二胺硝酸铂溶液。调节二硝基二胺硝酸铂溶液的浓度和添加量,使得在作为最终产品的废气净化用催化剂中铂搭载量达到 0.5 重量%。

[0064] 然后,抽滤该淤浆。将滤液供于 ICP 分光分析,结果发现淤浆中的铂几乎全部存在于滤饼中。

[0065] 接着,将滤饼在 $110^\circ C$ 下干燥 12 小时。然后,将其在大气中、 $500^\circ C$ 下烧成 1 小时。

由此,使 CaO 粉末负载铂。

[0066] 然后,使硝酸铝溶解于 1600mL 的去离子水中。接着,称量负载了铂的 CaO 粉末 50g,将其添加到硝酸铝水溶液中。并且,调节硝酸铝水溶液的浓度,使得在作为最终产品的废气净化用催化剂中钙与铝的原子比达到 1:2。

[0067] 接着,将使 109g 的氨 (NH₃) 溶解在 500mL 去离子水中而得到的氨水溶液滴加到该硝酸铝水溶液中。然后,对其进行抽滤,使滤饼在 110℃ 下干燥。由此,使负载了铂的 CaO 粉末进一步负载铝化合物。

[0068] 然后,将负载了铂和铝化合物的 CaO 粉末在大气中、300℃ 下煅烧 3 小时。然后,将煅烧产物用研钵粉碎,再将由此得到的粉末在大气中、800℃ 下烧成 3 小时。由此,生成钙与铝的复合氧化物,同时生成该复合氧化物和铂的固溶体。

[0069] 抽取如上得到的粉末的一部分,将其供于 X 射线折射分析。其结果可知,该复合氧化物的化学式由 CaAl₂O₄ 表示,其晶体结构为尖晶石结构。

[0070] 另外,抽取如上得到的粉末的另外一部分,使用其通过与说明样品 (1) 的同样的方法研究固溶体形成率。其结果是,由滤液的铂含量可知,固溶体形成率为 30%。

[0071] 接着,将上述粉体压缩成形。然后,将该成形物粉碎,得到粒径为约 0.5mm ~ 约 1.0mm 的颗粒状废气净化用催化剂。下面将该废气净化用催化剂称为样品 (4)。

[0072] (比较例 1)

[0073] 称量比表面积为 80m²/g 的尖晶石 (MgAl₂O₄) 粉末 50g,将其添加到 500mL 的去离子水中。通过进行 10 分钟的超声波搅拌,使 MgAl₂O₄ 粉末充分地分散于去离子水中,接着,向该淤浆中添加二硝基二胺硝酸铂溶液。调节二硝基二胺硝酸铂溶液的浓度和添加量,使得在作为最终产品的废气净化用催化剂中铂负载量达到 0.5 重量%。

[0074] 然后,抽滤该淤浆。将滤液供于 ICP 分光分析,结果发现淤浆中的铂几乎全部存在于滤饼中。

[0075] 接着,将滤饼在 110℃ 下干燥 12 小时。然后,将其在大气中、500℃ 下烧成 1 小时。由此,使 MgAl₂O₄ 粉末负载铂。

[0076] 然后,将负载了铂的 MgAl₂O₄ 粉末用研钵粉碎。接着,将其在大气中、800℃ 下烧成 3 小时。

[0077] 抽取如上得到的粉末的一部分,使用其通过与说明样品 (1) 的同样的方法研究固溶体形成率。其结果可知,铂完全不形成固溶体,即固溶体形成率为 0%。

[0078] 接着,将上述粉体压缩成形。然后,将该成形物粉碎,得到粒径为约 0.5mm ~ 约 1.0mm 的颗粒状废气净化用催化剂。下面将该废气净化用催化剂称为样品 (5)。

[0079] (比较例 2)

[0080] 称量比表面积为 100m²/g 的氧化铝 (Al₂O₃) 粉末 50g,将其添加到 500mL 的去离子水中。通过进行 10 分钟的超声波搅拌,使 Al₂O₃ 粉末充分地分散于去离子水中,接着,向该淤浆中添加二硝基二胺硝酸铂溶液。调节二硝基二胺硝酸铂溶液的浓度和添加量,使得在作为最终产品的废气净化用催化剂中铂负载量达到 0.5 重量%。

[0081] 然后,抽滤该淤浆。将滤液供于 ICP 分光分析,结果发现淤浆中的铂几乎全部存在于滤饼中。

[0082] 接着,将滤饼在 110℃ 下干燥 12 小时。然后,将其在大气中、500℃ 下烧成 1 小时。

由此,使 Al_2O_3 粉末担载铂。

[0083] 抽取如上得到的粉末的一部分,使用其通过与说明样品(1)的同样的方法研究固溶体形成率。其结果是,由滤液的铂含量可知,固溶体形成率为 0%。

[0084] 接着,将上述粉体压缩成形。然后,将该成形物粉碎,得到粒径为约 0.5mm ~ 约 1.0mm 的颗粒状废气净化用催化剂。下面将该废气净化用催化剂称为样品(6)。

[0085] 接着,通过下述方法研究样品(1)~(6)的耐用性。

[0086] 首先,将各样品配置于流通式的耐用试验装置内,使以氮为主要成分的气体以 100mL/分钟 的流量流过催化剂床 30 小时。这期间,催化剂床温度维持在 1050℃。而且,作为流过催化剂床的气体,使用在氮中添加 5% 氧而得到的贫气和在氮中添加 10% 一氧化碳而得到的富气,这些气体每 5 分钟转换一次。

[0087] 然后,将各样品配置于常压固定床流通反应装置内。接着,使模型气体(model gas) 流过催化剂床,同时以 12℃/分钟 的速度使催化剂床温度从 100℃ 升至 500℃,连续地测定这期间的废气净化率。而且,作为模型气体,使用将氧化成分(氧和氮氧化物)和还原成分(一氧化碳、烃、氢)调节为化学计量的气体。其结果如下表所示。

[0088] 表 1

[0089]

样品	碱土金属源	铝源	Pt 担载量 (重量%)	固溶体形 成率(%)	50%净化温度(℃)	
					HC	NO_x
(1)	氧化镁	硝酸铝	0.5	74	310	326
(2)	氧化镁	勃姆石	0.5	50	318	335
(3)	氧化镁	γ -氧化铝	0.5	20	330	360
(4)	氧化钙	硝酸铝	0.5	30	326	353
(5)	尖晶石		0.5	0	355	430
(6)	-	氧化铝	0.5	0	351	426

[0090] 在上表中,“50%净化温度(℃)”的列中,记载了能将模型气体中所含的各成分净化 50% 以上的催化剂床的最低温度。“HC”和“ NO_x ”的列分别记载了烃和氮氧化物的“50% 净化温度(℃)”。

[0091] 如上所示,样品(1)~(4)与样品(5)和(6)相比,能以更低的温度净化模型气体。由其结果可知,样品(1)~(4)与样品(5)和(6)相比,耐用性优良。

[0092] 更进一步的优点和变形对本领域技术人员来说是容易的。因此,本发明不应该受到这里所述的特定记载和有代表性的实施方式的限定,而涉及比这更广的方面。因此,在不脱离权利要求书及其等价物所规定的本发明的概括性概念的主旨或范围的范围,可以有各种各样的变形。

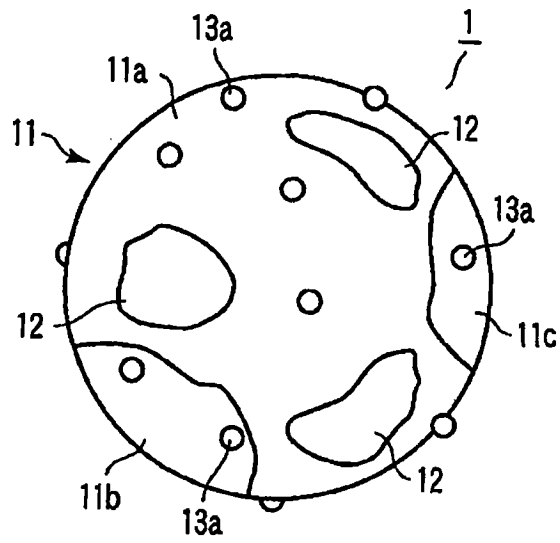


图 1

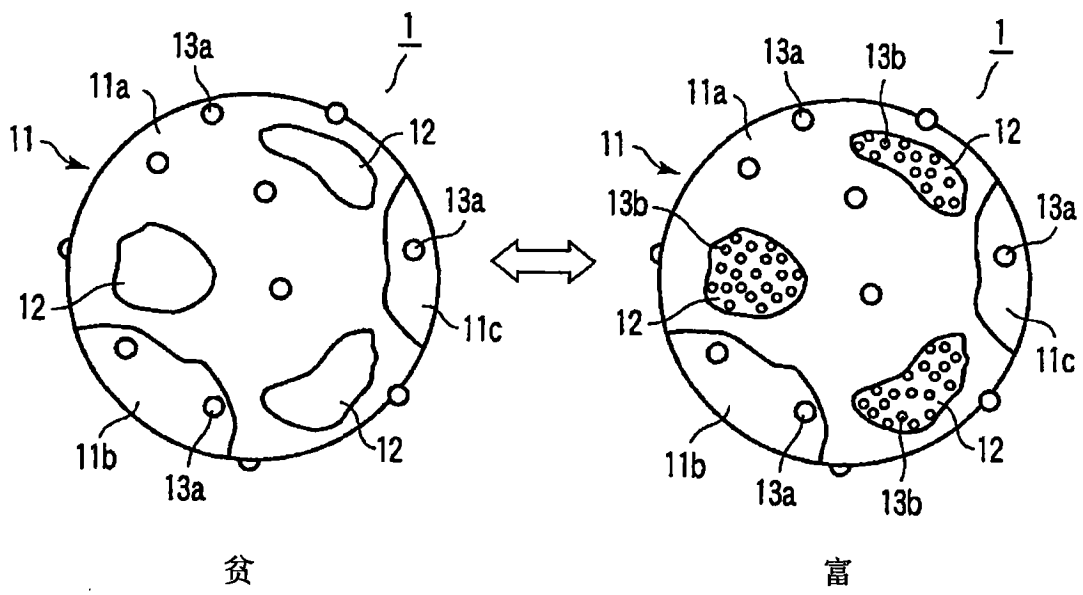


图 2