

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2012 年 11 月 22 日(22.11.2012)



(10) 国際公開番号
WO 2012/157424 A1

- (51) 国際特許分類:
B01D 46/42 (2006.01) F01N 3/023 (2006.01)
B01D 39/20 (2006.01) F01N 3/025 (2006.01)
B01D 46/00 (2006.01) F01N 3/029 (2006.01)
F01N 3/022 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/061128
- (22) 国際出願日: 2012 年 4 月 25 日(25.04.2012)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2011-110678 2011 年 5 月 17 日(17.05.2011) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 住友化学株式会社 (SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED) [JP/JP]; 〒1048260 東京都中央区新川二丁目 2 7 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 小森 照夫 (KOMORI Teruo) [JP/JP]; 〒7920804 愛媛県新居浜市田所町 6-53-602 Ehime (JP). 岩崎 健太郎 (IWASAKI Kentaro) [JP/JP]; 〒7928521 愛媛県

新居浜市惣開町 5 番 1 号 住友化学株式会社内 Ehime (JP). 根本 明欣 (NEMOTO Akiyoshi) [JP/JP]; 〒7928521 愛媛県新居浜市惣開町 5 番 1 号 住友化学株式会社内 Ehime (JP).

(74) 代理人: 長谷川 芳樹, 外 (HASEGAWA Yoshiki et al.); 〒1000005 東京都千代田区丸の内二丁目 1 番 1 号丸の内 MY PLAZA (明治安田生命ビル) 9 階 創英国際特許法律事務所 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, 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, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

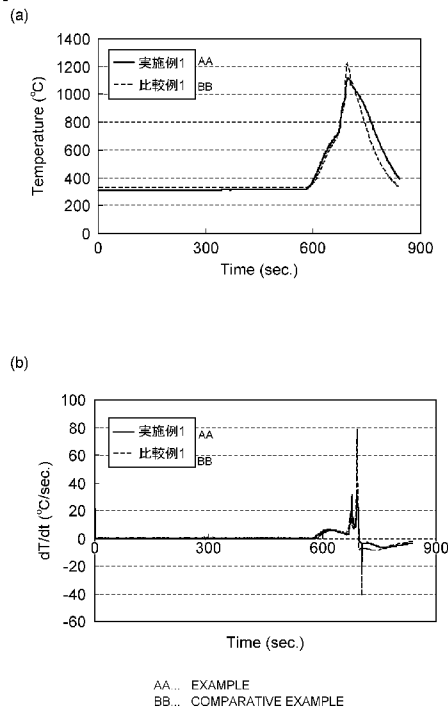
(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW,

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR REGENERATING HONEYCOMB FILTER

(54) 発明の名称: ハニカムフィルタの再生方法

【図3】



(57) Abstract: This method for regenerating a honeycomb filter provided with a plurality of mutually parallel flow channels partitioned by porous partition walls comprises a regeneration step for increasing the temperature inside the flow channels in which substances to be removed are deposited and combusting the substances to be removed, wherein the absolute value of the amount of change in temperature per unit time in the regeneration step is 35°C per second or less in a predetermined position inside the honeycomb filter that reaches the maximum temperature inside the honeycomb filter in the regeneration step.

(57) 要約: 本発明に係るハニカムフィルタの再生方法は、多孔質の隔壁により仕切られた互いに平行な複数の流路を備えるハニカムフィルタの再生方法であって、除去対象物質が堆積した流路内の温度を上昇させて当該除去対象物質を燃焼させる再生工程を備え、再生工程におけるハニカムフィルタ内の最高温度に到達するハニカムフィルタ内の所定位置において、再生工程における単位時間あたりの温度の変化量の絶対値が 35°C/秒以下である。



MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラ
シア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨー
ロッパ (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), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称： ハニカムフィルタの再生方法

技術分野

[0001] 本発明は、ハニカムフィルタの再生方法に関する。

背景技術

[0002] ハニカムフィルタは、被捕集物を含む流体から当該被捕集物を除去するセラミックスフィルタとして用いられており、例えば、ディーゼルエンジンやガソリンエンジン等の内燃機関から排気される排気ガスを浄化するための排ガスフィルタとして用いられている。このようなハニカムフィルタは、多孔質の隔壁により仕切られた互いに平行な複数の流路を有している（例えば、下記特許文献1 参照）。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特表2009-537741号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] ところで、被捕集物を含む流体がハニカムフィルタ内に供給されるに伴い、ハニカムフィルタにおける隔壁の表面や隔壁の内部に被捕集物が堆積する。この場合、被捕集物がハニカムフィルタ内に過剰に堆積すると、ハニカムフィルタ内における流体の移動が妨げられてハニカムフィルタの浄化性能が低下する。そのため、ハニカムフィルタ内に一定量の被捕集物を堆積させた後に、被捕集物を除去対象物質として燃焼除去するためにハニカムフィルタの燃焼再生が行われる。

[0005] ここで、燃焼再生においてハニカムフィルタに過度の熱応力が負荷されると、ハニカムフィルタの熱破損や溶損が引き起こる場合がある。そのため、ハニカムフィルタの再生方法に対しては、燃焼再生において生じる熱応力を低減することが求められている。

[0006] 本発明は、このような実情に鑑みてなされたものであり、燃焼再生において生じる熱応力を低減することが可能なハニカムフィルタの再生方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明に係るハニカムフィルタの再生方法は、多孔質の隔壁により仕切られた互いに平行な複数の流路を備えるハニカムフィルタの再生方法であって、除去対象物質が堆積した流路内の温度を上昇させて当該除去対象物質を燃焼させる再生工程を備え、再生工程におけるハニカムフィルタ内の最高温度に到達するハニカムフィルタ内の所定位置において、再生工程における単位時間あたりの温度の変化量の絶対値が $3.5^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ 以下である。

[0008] 従来のハニカムフィルタの再生方法では、ハニカムフィルタの温度が急激に変化することによってハニカムフィルタに過度の熱応力が負荷される場合がある。この場合、再生工程におけるハニカムフィルタ内の最高温度に到達するハニカムフィルタの位置の温度の変化量が熱応力の大きさに影響を与えていると推測される。一方、本発明では、再生工程におけるハニカムフィルタ内の最高温度に到達するハニカムフィルタの位置の温度の変化量が小さいことにより、燃焼再生において生じる熱応力を低減することができる。

[0009] 隔壁は、チタン酸アルミニウムを含むことが好ましい。この場合、燃焼再生において生じる熱応力を更に低減することができる。

[0010] ハニカムフィルタは、複数の流路が、第1の流路と、当該第1の流路に隣接する複数の第2の流路とを有しており、複数の第2の流路における一の第2の流路と他の第2の流路とが互いに隣接しており、第1の流路におけるハニカムフィルタの一端側の端部が封口されており、第2の流路におけるハニカムフィルタの他端側の端部が封口されており、第2の流路の軸方向に垂直な第2の流路の断面が、第1の辺と、当該第1の辺の両側にそれぞれ配置された第2の辺とを有しており、第1の流路の軸方向に垂直な前記第1の流路の断面を形成する辺のそれぞれが、第2の流路の前記第1の辺と対向しており、第2の流路の第2の辺のそれぞれが、隣接する第2の流路の第2の辺と

対向している構成であってもよい。

[0011] 再生工程において上記所定位置の温度が低下するときの上記所定位置における単位時間あたりの温度の変化量の絶対値は、 $30^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ 以下であることが好ましい。この場合、燃焼再生において生じる熱応力を更に低減することができる。

[0012] 上記最高温度は、 $800\sim 1250^{\circ}\text{C}$ であってもよい。再生工程において、除去対象物質が堆積した流路内の温度を燃料の燃焼熱により上昇させてもよい。

発明の効果

[0013] 本発明に係るハニカムフィルタの再生方法によれば、燃焼再生においてハニカムフィルタに生じる熱応力を低減することができる。これにより、燃焼再生においてハニカムフィルタの熱破損や溶損が生じることを抑制することができる。

図面の簡単な説明

[0014] [図1]図1は、本発明の一実施形態に係る再生方法において用いられるハニカムフィルタを模式的に示す図面である。

[図2]図2は、本発明の一実施形態に係る再生方法において用いられる他のハニカムフィルタを模式的に示す図面である。

[図3]図3は、ハニカムフィルタ内の所定位置における温度の測定結果を示す図面である。

発明を実施するための形態

[0015] 以下、必要に応じて図面を参照しつつ、本発明を実施するための形態について詳細に説明する。ただし、本発明は以下の実施形態に限定されるものではない。

[0016] 図1は、本実施形態に係る再生方法において用いられるハニカムフィルタを模式的に示す図面である。ハニカムフィルタ100は、図1に示すように、互いに略平行に配置された複数の流路110を有する円柱体である。複数の流路110は、ハニカムフィルタ100の中心軸に略平行に伸びる隔壁1

20により仕切られている。複数の流路110は、複数の流路（第1の流路）110aと、流路110aに隣接する複数の流路（第2の流路）110bとを有している。流路110a及び流路110bは、ハニカムフィルタ100の両端面に略垂直に伸びている。

[0017] 流路110のうちの一部を構成する流路110aの一端は、ハニカムフィルタ100の一端面100aにおいて封口部130により封口されており、流路110aの他端は、ハニカムフィルタ100の他端面100bにおいて開口している。一方、複数の流路110のうちの残部を構成する流路110bの一端は、一端面100aにおいて開口しており、流路110bの他端は、他端面100bにおいて封口部130により封口されている。ハニカムフィルタ100において、例えば、流路110bにおける一端面100a側の端部はガス流入口として開口しており、流路110aにおける他端面100b側の端部はガス流出口として開口している。

[0018] 流路110a及び流路110bの軸方向（長手方向）に略垂直な断面は、六角形状である。流路110aの断面は、当該断面を形成する辺140の長さが互いに略等しい正六角形状が好ましいが、扁平六角形状であってもよい。流路110bの断面は、例えば扁平六角形状であるが、正六角形状であってもよい。流路110bの断面において互いに対向する辺の長さは、互いに略等しい。流路110bの断面は、当該断面を形成する辺150として、互いに長さの略等しい二つ（一对）の長辺（第1の辺）150aと、互いに長さの略等しい四つ（二対）の短辺（第2の辺）150bと、を有している。短辺150bは、長辺150aの両側にそれぞれ配置されている。長辺150a同士は、互いに略平行に対向しており、短辺150b同士は、互いに略平行に対向している。

[0019] 流路110aは、隣接する流路110aの間に一つの流路110bが配置されることにより、流路110aの配列方向（辺140に略直交する方向）において流路110bと交互に配置されている。流路110aの辺140のそれぞれは、複数の流路110bのいずれか一つの流路の長辺150aと略

平行に対向している。すなわち、流路110は、1つの流路110aと、当該流路110aを囲む6つの流路110bとを含む構成単位を有しており、当該構成単位において、流路110aの辺140の全てが流路110bの長辺150aと対向している。流路110bの短辺150bのそれぞれは、隣接する流路110bの短辺150bと略平行に対向している。

[0020] 流路110a, 110bの長手方向におけるハニカムフィルタ100の長さは、例えば50～300mmである。ハニカムフィルタ100の外径は、例えば50～250mmである。流路110a, 110bの密度（セル密度）は、例えば50～400 c p s i (cell per square inch) である。なお、「c p s i」は、1平方インチ当たりの流路（セル）の数を表す。流路110a, 110bの軸方向に略垂直なハニカムフィルタ100の断面において、ガス流入側流路の合計面積はガス流出側流路の合計面積よりも大きいことが好ましく、すなわち、流路110bの合計面積は、流路110aの合計面積よりも大きいことが好ましい。

[0021] 1つの流路110aと当該流路110aを囲む流路110bとを含む構成単位において、辺140の長さは例えば0.2～2.0mmであり、長辺150aの長さは例えば0.4～2.0mmであり、短辺150bの長さは例えば0.3～2.0mmである。

[0022] 上記構成単位における隔壁120の厚み（セル壁厚）は、例えば0.1～0.8mmである。上記構成単位における隔壁120の気孔率は、例えば20～60体積%である。上記構成単位における隔壁120の気孔径（細孔直径）は、例えば5～30μmである。

[0023] 上記ハニカムフィルタ100において隔壁120は、多孔質であり、例えば多孔質セラミックス（多孔質セラミックス焼結体）を含んでいる。隔壁120は、流体（例えば、すす等の微粒子を含む排ガス）が透過できるような構造を有している。具体的には、流体が通過し得る多数の連通孔（流通経路）が隔壁120内に形成されている。

[0024] 隔壁120は、チタン酸アルミニウムを含むことが好ましく、マグネシウ

ムやケイ素を更に含んでいてもよい。隔壁120は、例えば、主にチタン酸アルミニウム系結晶からなる多孔性のセラミックスから形成されている。「主にチタン酸アルミニウム系結晶からなる」とは、チタン酸アルミニウム系セラミックス焼成体を構成する主結晶相がチタン酸アルミニウム系結晶相であることを意味し、チタン酸アルミニウム系結晶相は、例えば、チタン酸アルミニウム結晶相、チタン酸アルミニウムマグネシウム結晶相等であってもよい。隔壁120は、チタン酸アルミニウム系結晶相やガラス相以外の相（結晶相）を含んでいてもよい。このようなチタン酸アルミニウム系結晶相以外の相としては、チタン酸アルミニウム系セラミックス焼成体の作製に用いる原料由来の相等を挙げることができる。

[0025] ハニカムフィルタ100は、公知の方法により製造可能である。例えば、ハニカムフィルタ100の製造方法は、（a）セラミックス粉末と孔形成剤を含む原料混合物を調製する原料調製工程と、（b）原料混合物を成形して、流路を有する成形体を得る成形工程と、（c）成形体を焼成する焼成工程と、を備え、（d）成形工程と焼成工程の間、又は、焼成工程の後に、各流路の一端を封口する封口工程を更に備える。

[0026] ハニカムフィルタ100は、例えば、ディーゼルエンジン、ガソリンエンジン等の内燃機関からの排ガス中に含まれるすす等のPM（Particulate Matter）を被捕集物として捕集するパティキュレートフィルタとして適する。例えば、ハニカムフィルタ100は、内燃機関の排気通路に配置される。ハニカムフィルタ100では、図1（b）に示すように、一端面100aから流路110bに供給されたガスGが隔壁120内の連通孔を通過して隣の流路110aに到達し、他端面100bから排出される。このとき、ガスG中の被捕集物が隔壁120の表面や連通孔内に捕集されてガスGから除去されることにより、ハニカムフィルタ100はフィルタとして機能する。

[0027] 次に、本実施形態に係るハニカムフィルタの再生方法について説明する。本実施形態に係るハニカムフィルタの再生方法は、ハニカムフィルタの隔壁に捕集された被捕集物を除去対象物質として燃焼除去する。本実施形態に係る

るハニカムフィルタの再生方法は、例えば、ハニカムフィルタを準備する準備工程と、除去対象物質が堆積した流路内の温度を上昇させて当該除去対象物質を燃焼させる再生工程とを備える。

[0028] 準備工程では、除去対象物質が堆積した流路を有するハニカムフィルタを準備する。そして、ハニカムフィルタのガス流入側の流路（例えば図1における流路110b）を内燃機関の排気管に接続する。

[0029] 再生工程は、例えば、ハニカムフィルタ内の温度が上昇する昇温工程と、ハニカムフィルタ内の温度が低下する降温工程とを有している。

[0030] 昇温工程における昇温方法は、特に限定されるものではなく、除去対象物質が燃焼する温度（例えば、除去対象物質がPMである場合、630℃以上）に達するまでハニカムフィルタ内の温度を上昇させることが可能な方法であればよい。昇温方法としては、例えば、除去対象物質が堆積した流路内の温度を燃料（例えば軽油）の燃焼熱により上昇させる方法が挙げられる。この場合、燃料を流路内で燃焼させてもよく、ハニカムフィルタの外部で燃焼させて得られた高温ガスを流路内に供給してもよい。また、除去対象物質が燃焼する温度に達した時点で燃料の燃焼を停止してもよく、その後も燃料を燃焼させ続けてもよい。なお、燃料の燃焼を停止した後も、除去対象物質の燃焼により生じた燃焼熱によりハニカムフィルタ内の温度が上昇してもよい。昇温方法は、ヒータ等の発熱装置によって直接的に温度を上昇させる方法であってもよい。

[0031] 昇温工程では、酸素ガス等の支燃性ガスを含む供給ガスを流路内に供給することができる。供給ガスは、上記燃料を含んでいてもよい。供給ガスの流量は、内燃機関のエンジンの回転数やトルクによって調整することができる。供給ガスの流量は、昇温工程の途中で変動させてもよく、例えば、除去対象物質が燃焼する温度に達した時点で供給ガスの流量を低減することにより、ハニカムフィルタ内の温度に比して低温の供給ガスが流路内に流入することを抑制してもよい。

[0032] 昇温工程において除去対象物質の燃焼による燃焼熱の発生が弱まるに伴い

、ハニカムフィルタ内の温度の変化量が小さくなり温度が上昇しなくなる。ハニカムフィルタ内において記録される最高温度は、除去対象物質を十分に燃焼除去できると共に、燃焼再生において生じる熱応力を更に低減できることから、800～1250℃であってもよい。当該最高温度は、除去対象物質を更に十分に燃焼除去する観点から、900℃以上が好ましく、1000℃以上がより好ましい。また、上記最高温度は、燃焼再生において生じる熱応力を更に低減する観点から、1200℃以下が好ましく、1150℃以下がより好ましい。その後、ハニカムフィルタ内の温度は降温工程において徐々に低下し、供給ガスの温度（例えば330℃）やハニカムフィルタの外部の温度に達する。

[0033] 本実施形態では、再生工程（昇温工程及び降温工程）におけるハニカムフィルタ内の温度を複数の測定位置で測定した時に、再生工程におけるハニカムフィルタ内の最高温度に到達するハニカムフィルタ内の所定の測定位置の温度の変化量を低く調整する。具体的には、当該測定位置において、再生工程における単位時間あたりの温度の変化量の絶対値は、35℃/秒以下である。すなわち、再生工程におけるハニカムフィルタ内部の温度分布の経時変化を測定した際に、ハニカムフィルタ内において最高温度が記録される測定位置において、式「 $|dT/dt| \leq 35$ （℃/秒）」が満たされている。

[0034] 昇温工程において上記測定位置の温度が上昇するときの上記測定位置における単位時間あたりの温度の変化量は、熱応力を更に低減する観点から、32℃/秒以下であることが好ましい。また、降温工程において上記測定位置の温度が低下するときの上記測定位置における単位時間あたりの温度の変化量は、熱応力を更に低減する観点から、30℃/秒以下であることが好ましく、25℃/秒以下であることがより好ましい。上記測定位置の温度の変化量は、再生工程の条件（例えば供給ガスの温度や燃料の供給量）や、使用するハニカムフィルタの構造により調整することができる。

[0035] ハニカムフィルタとしては、上記測定位置の温度の変化量を調整し易い観点から、ハニカムフィルタ100のように、複数の流路が、第1の流路と、

当該第 1 の流路に隣接する複数の第 2 の流路とを有しており、複数の第 2 の流路における一の第 2 の流路と他の第 2 の流路とが互いに隣接しており、第 1 の流路におけるハニカムフィルタの一端側の端部が封口されており、第 2 の流路におけるハニカムフィルタの他端側の端部が封口されており、第 2 の流路の軸方向に垂直な第 2 の流路の断面が、第 1 の辺と、当該第 1 の辺の両側にそれぞれ配置された第 2 の辺とを有しており、第 1 の流路の軸方向に垂直な第 1 の流路の断面を形成する辺のそれぞれが、第 2 の流路の第 1 の辺と対向しており、第 2 の流路の第 2 の辺のそれぞれが、隣接する第 2 の流路の第 2 の辺と対向している、フィルタが好ましい。このような構成を有するその他のフィルタとしては、例えば、図 2 (a) に示すハニカムフィルタ 200 や、図 2 (b) に示すハニカムフィルタ 300 が挙げられる。

[0036] ハニカムフィルタ 200 は、互いに略平行に配置された複数の流路 210 を有する円柱体である。複数の流路 210 は、ハニカムフィルタ 200 の中心軸に略平行に伸びる隔壁 220 により仕切られている。複数の流路 210 は、複数の流路（第 1 の流路）210a と、流路 210a に隣接する複数の流路（第 2 の流路）210b とを有している。流路 210a 及び流路 210b は、ハニカムフィルタ 200 の両端面に略垂直に伸びている。

[0037] 流路 210 のうちの一部を構成する流路 210a の一端は、ハニカムフィルタ 200 の一端面において封口部 230 により封口されており、流路 210a の他端は、ハニカムフィルタ 200 の他端面において開口している。一方、複数の流路 210 のうちの残部を構成する流路 210b の一端は、ハニカムフィルタ 200 の一端面において開口しており、流路 210b の他端は、ハニカムフィルタ 200 の他端面において封口部 230 により封口されている。ハニカムフィルタ 200 において、例えば、流路 210b における一端面側の端部はガス流入口として開口しており、流路 210a における他端面側の端部はガス流出口として開口している。流路 210a、210b の軸方向に略垂直なハニカムフィルタ 200 の断面において、ガス流入側流路の合計面積はガス流出側流路の合計面積よりも大きいことが好ましく、すなわ

ち、流路 210b の合計面積は、流路 210a の合計面積よりも大きいことが好ましい。

[0038] 流路 210a 及び流路 210b の軸方向（長手方向）に略垂直な断面は、六角形状である。流路 210a の断面は、当該断面を形成する辺 240 の長さが互いに略等しい正六角形状が好ましいが、扁平六角形状であってもよい。流路 210b の断面は、例えば扁平六角形状であるが、正六角形状であってもよい。流路 210b の断面において互いに対向する辺の長さは、互いに異なっている。流路 210b の断面は、当該断面を形成する辺 250 として、互いに長さの略等しい三つの長辺（第 1 の辺）250a と、互いに長さの略等しい三つの短辺（第 2 の辺）250b と、を有している。長辺 250a 及び短辺 250b は、互いに略平行に対向しており、短辺 250b は、長辺 250a の両側にそれぞれ配置されている。

[0039] 隣接する流路 210a の間には、当該流路 210a の配列方向に略直交する方向に隣接する二つの流路 210b が配置されており、当該隣接する二つの流路 210b は、隣接する流路 210a の断面の中心同士を結ぶ線を挟んで対称に配置されている。流路 210a の辺 240 のそれぞれは、複数の流路 210b のいずれか一つの流路の長辺 250a と略平行に対向している。すなわち、流路 210 は、一つの流路 210a と、当該流路 210a を囲む 6 つの流路 210b とを含む構成単位を有しており、当該構成単位において、流路 210a の辺 240 の全てが流路 210b の長辺 250a と対向している。流路 210b の短辺 250b のそれぞれは、隣接する流路 210b の短辺 250b と略平行に対向している。

[0040] ハニカムフィルタ 300 は、互いに略平行に配置された複数の流路 310 を有している。流路 310 は、複数の流路（第 1 の流路）310a と、流路 310a と隣接する複数の流路（第 2 の流路）310b とを有しており、複数の流路 310b における一の流路 310b と他の流路 310b とが互いに隣接している。一つの流路 310b は、互いに隣接する流路 310a の間に配置されている。流路 310a におけるハニカムフィルタ 300 の一端側の

端部、及び、流路 310b におけるハニカムフィルタ 300 の他端側の端部は、封口部 330 によりそれぞれ封口されている。ハニカムフィルタ 300 において、例えば、流路 310b における一端側の端部はガス流入口として開口しており、流路 310a における他端側の端部はガス流出口として開口している。流路 310a, 310b の軸方向に略垂直なハニカムフィルタ 300 の断面において、ガス流入側流路の合計面積はガス流出側流路の合計面積よりも大きいことが好ましく、すなわち、流路 310b の合計面積は、流路 310a の合計面積よりも大きいことが好ましい。流路 310 は、ハニカムフィルタ 300 の中心軸に略平行に伸びる隔壁 320 により仕切られている。

[0041] 流路 310a の軸方向に略垂直な断面は正形状であり、流路 310b の軸方向に略垂直な断面は正八角形状である。流路 310b の軸方向に垂直な流路 310b の断面は、第 1 の辺 350a と、辺 350a の両側にそれぞれ配置された第 2 の辺 350b とを有している。流路 310b の断面において、辺 350a 同士が互いに対向していると共に辺 350b 同士が互いに対向しており、互いに対向する辺の長さが互いに等しい。流路 310a の軸方向に垂直な流路 310a の断面を形成する辺 340 のそれぞれは、複数の流路 310b のいずれか一つの流路の辺 350a と対向している。流路 310b の辺 350b のそれぞれは、隣接する流路 310b の辺 350b と対向している。

実施例

[0042] 以下、本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

[0043] (実施例 1)

<原料混合物の調製>

チタン酸アルミニウムマグネシウムの原料粉末 (Al_2O_3 粉末、 TiO_2 粉末、 MgO 粉末)、 SiO_2 粉末、チタン酸アルミニウムマグネシウムとアルミナとアルミノシリケートガラスとの複合相をもつセラミックス粉末 (仕込

み時の組成式： $41.4 \text{ Al}_2\text{O}_3 - 49.9 \text{ TiO}_2 - 5.4 \text{ MgO} - 3.3 \text{ SiO}_2$ 、式中の数値はモル比を表す。））、造孔剤、有機バインダ、潤滑剤、可塑剤、分散剤及び水（溶媒）を含む原料混合物を調製した。原料混合物中の各成分の含有量は下記の値に調整した。

[0044] [原料混合物の成分]

Al_2O_3 粉末：37.3 質量部

TiO_2 粉末：37.0 質量部

MgO 粉末：1.9 質量部

SiO_2 粉末：3.0 質量部

セラミックス粉末：8.8 質量部

造孔剤：馬鈴薯から得た平均粒径 $25 \mu\text{m}$ の澱粉、12.0 質量部

有機バインダ 1：メチルセルロース（三星精密化学社製：MC-40H）、5.5 質量部

有機バインダ 2：ヒドロキシプロピルメチルセルロース（三星精密化学社製：PMB-40H）、2.4 質量部

[0045] 上記の原料混合物を混練した後に押出成形した。そして、成形体の各流路の一方の端部を封口物で封口した後に焼成することにより、図 1 に示す構造を有する円柱状の柱状体（DPF）を作製した。流路（貫通孔）の長手方向における柱状体の長さは 153 mm であった。柱状体の端面の外径は 144 mm であった。流路の密度（セル密度）は 290 cpsi であった。正六角形状の流路の一辺の長さは 0.9 mm であった。扁平六角形状の流路における長辺の長さは 0.9 mm であり、短辺の長さは 0.6 mm であった。流路間の隔壁の厚みは 12 mil （milli-inch、 0.30 mm ）であった。隔壁の気孔率は $45 \text{ 体積\%}$ であった。隔壁の気孔径は $15 \mu\text{m}$ であった。

[0046] （比較例 1）

実施例 1 と同様の原料混合物を混練した後に押出成形した。そして、成形体の各流路の一方の端部を封口物で封口した後に焼成することにより、断面が正形状の流路が格子状に配列された柱状体（DPF）を作製した。比較

例 1 の柱状体において、隣接する流路の端部を交互に封口部により封口した。流路の長手方向における柱状体の長さは 1 5 3 m m であった。柱状体の端面の外径は 1 4 4 m m であった。セル密度は 2 9 0 c p s i であった。正形状の流路の一辺の長さは 1 . 1 m m であった。流路間の隔壁の厚みは 1 3 m i l (0 . 3 3 m m) であった。

[0047] (耐熱衝撃性試験)

エンジン試験設備 (2 . 0 L 直噴型、4 気筒、コモンレール方式) を用いて、排気管に固定されたフィルタのガス流入側の流路内に 1 4 g / L (リットル) のススを堆積させた。そして、燃料をポスト噴射させることにより、フィルタにおけるガス流入側 (上流側) の温度をススの燃焼 (再生) が開始する温度 (約 6 3 0 ° C) にまで上げた。温度が約 6 3 0 ° C に達した時点でエンジン回転数を 2 5 0 0 r p m から 7 5 0 r p m へ下げ、アイドル状態に減速させた。これにより、ガス流量は 2 2 0 k g / h から 5 0 k g / h へ変化し、フィルタへ流入するガス中の酸素濃度は 8 % から 1 9 % へ変化した。フィルタ内部に堆積したススに着火しフィルタ内部の温度が更に上昇して最高温度に達した後、フィルタ内部の温度は低下した。

[0048] 上記試験におけるフィルタ内部の温度分布の経時変化を測定したところ、実施例 1 の D P F では、ガス流出側の端部からフィルタの軸方向に約 2 5 m m 、かつ、フィルタの中心軸線からフィルタの径方向に約 5 0 m m の位置の温度が、上記試験におけるフィルタ全体の最高温度 (1 1 2 1 ° C) に達することが確認された。また、比較例 1 の D P F では、ガス流出側の端部からフィルタの軸方向に約 2 5 m m 、かつ、フィルタの中心軸線からフィルタの径方向に約 5 0 m m の位置の温度が、上記試験におけるフィルタ全体の最高温度 (1 2 2 4 ° C) に達することが確認された。なお、フィルタ内部の温度分布は、複数の流路内に配置された複数の熱電対を用いて測定した。熱電対は、フィルタの中心軸を含む断面においてフィルタの軸方向に約 2 5 m m 間隔かつフィルタの径方向に約 1 5 m m 間隔に配置した。

[0049] 最高温度が記録された位置における温度の測定結果を図 3 に示す。図 3 (

a) は、温度の経時変化を示し、図3 (b) は、単位時間当たりの温度の変化量 (dT/dt) を示す。図3 (b) に示されるように、実施例1のDPFでは、昇温時における温度の変化量が31.6℃/秒であり、降温時における温度の変化量が22.9℃/秒であった。比較例1のDPFでは、昇温時における温度の変化量が78.9℃/秒であり、降温時における温度の変化量が41.2℃/秒であった。上記試験後のDPFを観察したところ、上記アイドル状態下にDPFをおくことによりDPFに顕著に熱応力が負荷されたため、実施例1及び比較例1のいずれにおいてもDPFにクラックが確認されたが、実施例1のDPFでは、比較例1のDPFと比較してクラックの発生量が少ないことが確認された。

符号の説明

[0050] 100, 200, 300…ハニカムフィルタ、110a, 210a, 310a…流路(第1の流路)、110b, 210b, 310b…流路(第2の流路)、120, 220, 320…隔壁、140, 240, 340…流路(第1の流路)の断面を形成する辺、150a, 250a, 350a…流路(第2の流路)の断面を形成する辺(第1の辺)、150b, 250b, 350b…流路(第2の流路)の断面を形成する辺(第2の辺)。

請求の範囲

- [請求項1] 多孔質の隔壁により仕切られた互いに平行な複数の流路を備えるハニカムフィルタの再生方法であって、
- 除去対象物質が堆積した流路内の温度を上昇させて当該除去対象物質を燃焼させる再生工程を備え、
- 前記再生工程における前記ハニカムフィルタ内の最高温度に到達する前記ハニカムフィルタ内の所定位置において、前記再生工程における単位時間あたりの温度の変化量の絶対値が $3.5^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ 以下である、再生方法。
- [請求項2] 前記隔壁がチタン酸アルミニウムを含む、請求項1に記載の再生方法。
- [請求項3] 前記複数の流路が、第1の流路と、当該第1の流路に隣接する複数の第2の流路とを有しており、
- 前記複数の第2の流路における一の第2の流路と他の第2の流路とが互いに隣接しており、
- 前記第1の流路における前記ハニカムフィルタの一端側の端部が封口されており、
- 前記第2の流路における前記ハニカムフィルタの他端側の端部が封口されており、
- 前記第2の流路の軸方向に垂直な前記第2の流路の断面が、第1の辺と、当該第1の辺の両側にそれぞれ配置された第2の辺とを有しており、
- 前記第1の流路の軸方向に垂直な前記第1の流路の断面を形成する辺のそれぞれが、前記第2の流路の前記第1の辺と対向しており、
- 前記第2の流路の前記第2の辺のそれぞれが、隣接する前記第2の流路の前記第2の辺と対向している、請求項1又は2に記載の再生方法。
- [請求項4] 前記再生工程において前記所定位置の温度が低下するときの前記所

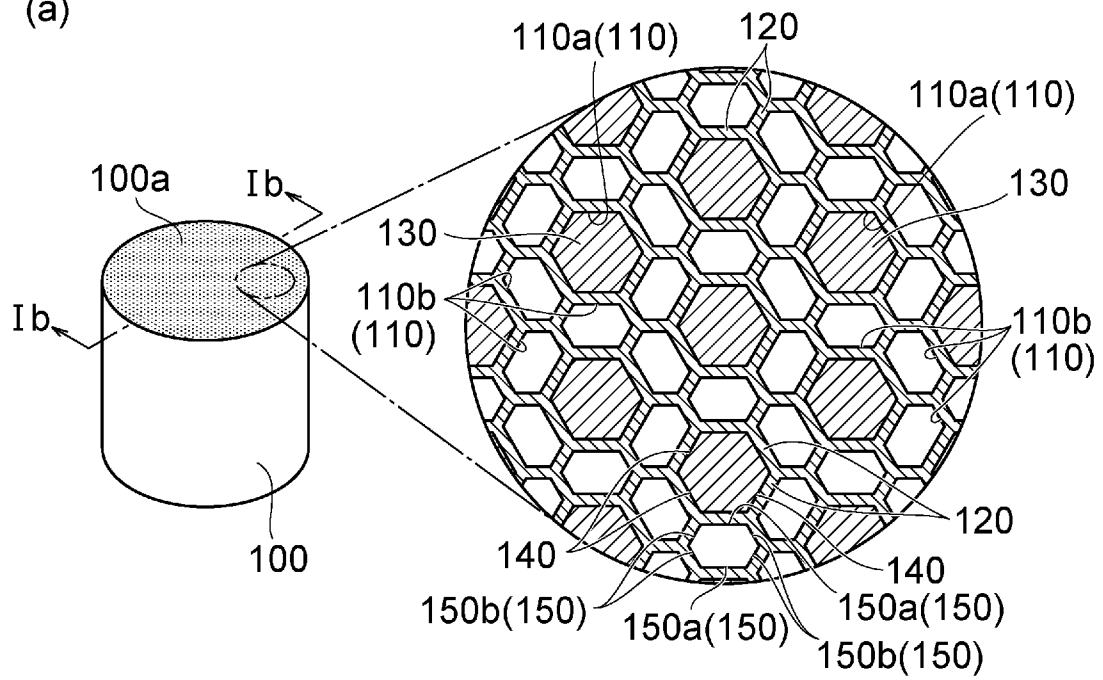
定位置における単位時間あたりの温度の変化量の絶対値が $30^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ 以下である、請求項1～3のいずれか一項に記載の再生方法。

[請求項5] 前記最高温度が $800\sim 1250^{\circ}\text{C}$ である、請求項1～4のいずれか一項に記載の再生方法。

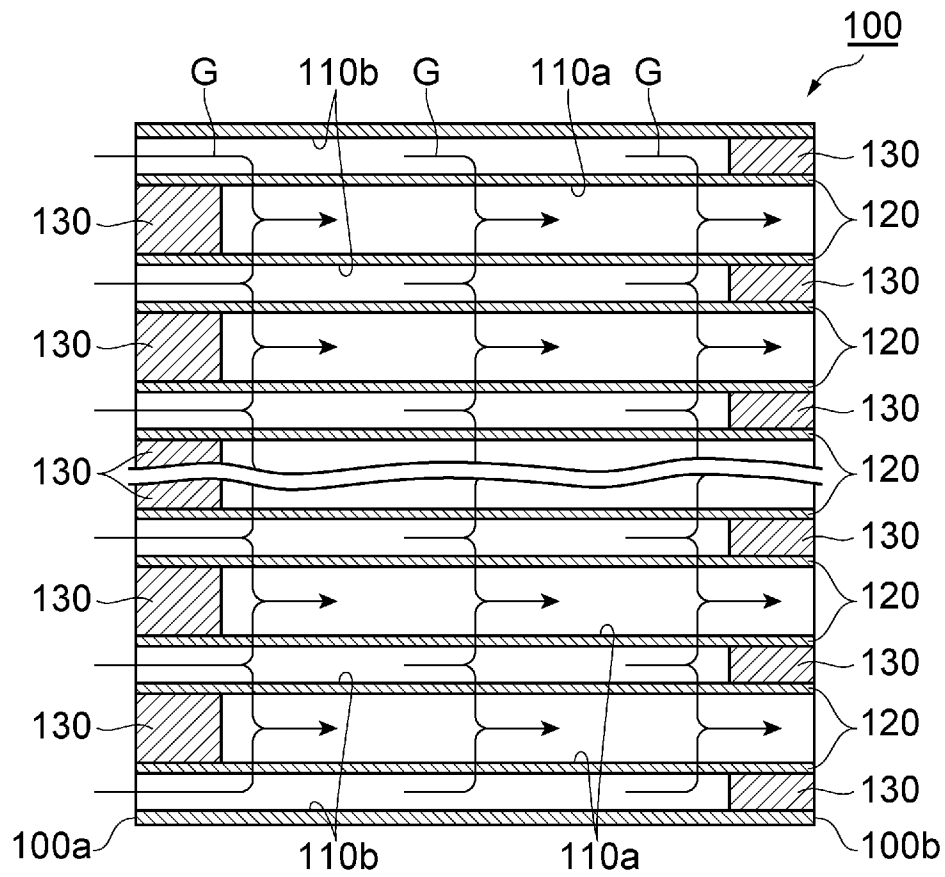
[請求項6] 前記再生工程において、前記除去対象物質が堆積した前記流路内の温度を燃料の燃焼熱により上昇させる、請求項1～5のいずれか一項に記載の再生方法。

[図1]

(a)

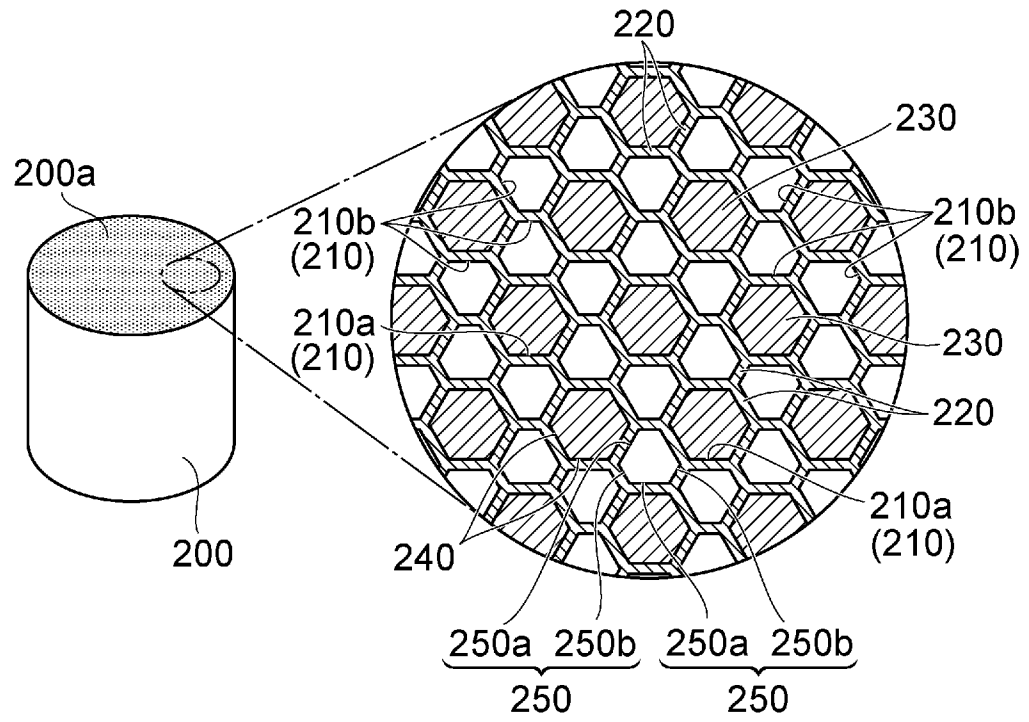


(b)

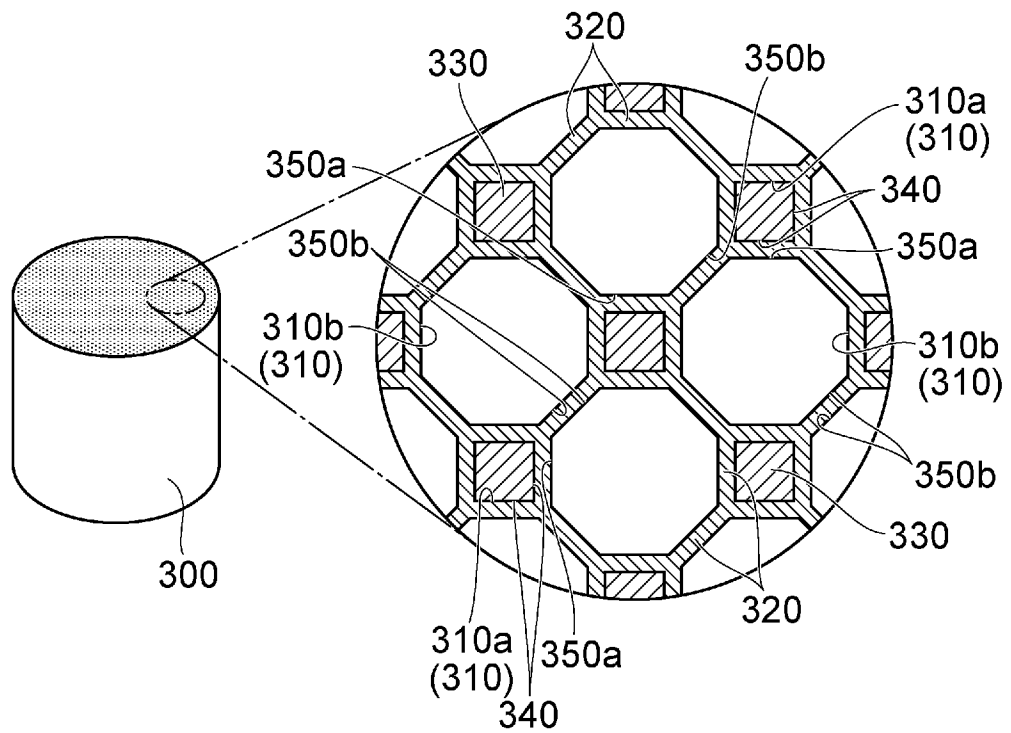


[図2]

(a)

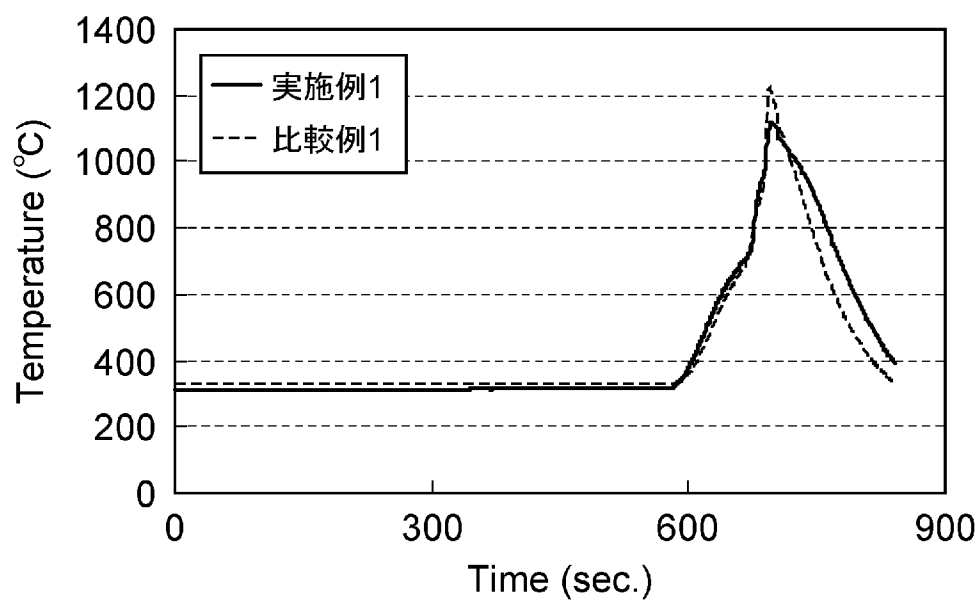


(b)

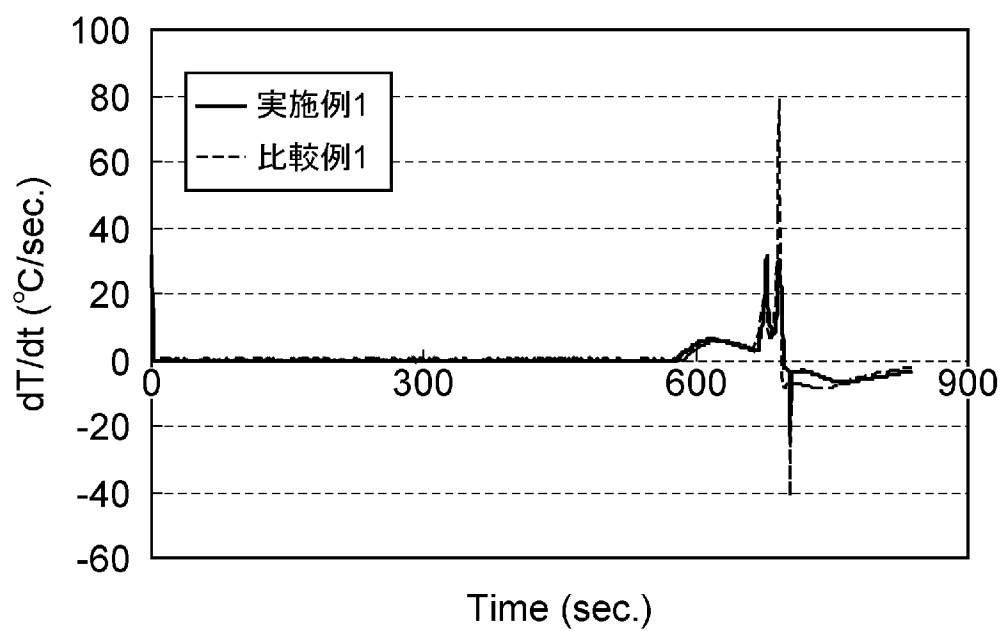


[図3]

(a)



(b)



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/061128

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B01D46/42(2006.01)i, B01D39/20(2006.01)i, B01D46/00(2006.01)i, F01N3/022(2006.01)i, F01N3/023(2006.01)i, F01N3/025(2006.01)i, F01N3/029(2006.01)i

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)

B01D46/42, B01D39/20, B01D46/00, F01N3/022, F01N3/023, F01N3/025, F01N3/029

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2012
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2012	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2012

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 8-170522 A (Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.), 02 July 1996 (02.07.1996), claims; paragraph [0002]; examples; fig. 2(a) (Family: none)	1, 4-6 2, 3
X Y	JP 9-88555 A (Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.), 31 March 1997 (31.03.1997), claims; paragraph [0004]; examples; table 1; fig. 13, 14 (Family: none)	1, 2, 4-6 3

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ 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
13 August, 2012 (13.08.12)

Date of mailing of the international search report
21 August, 2012 (21.08.12)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/061128

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2004/024293 A1 (Ibiden Co., Ltd.), 25 March 2004 (25.03.2004), claims; examples 1 to 6, 13 to 15; fig. 3, 8 & US 2005/0016140 A1 & EP 1495791 A1 & WO 2004/024294 A1 & DE 203021503 U & CN 1671458 A	2, 3
Y	JP 2009-537741 A (Robert Bosch GmbH), 29 October 2009 (29.10.2009), claims; fig. 3 & US 2009/0205301 A1 & EP 2027373 A1 & WO 2007/134897 A1 & DE 102006026161 A & CN 101449034 A	2, 3

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. B01D46/42 (2006.01)i, B01D39/20 (2006.01)i, B01D46/00 (2006.01)i, F01N3/022 (2006.01)i, F01N3/023 (2006.01)i, F01N3/025 (2006.01)i, F01N3/029 (2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. B01D46/42, B01D39/20, B01D46/00, F01N3/022, F01N3/023, F01N3/025, F01N3/029

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 2 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 2 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 2 年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X Y	JP 8-170522 A (松下電器産業株式会社) 1996.07.02, 【特許請求の範囲】、【0002】、【実施例】、【図 2(a)】 (ファミリーなし)	1, 4-6 2, 3
X Y	JP 9-88555 A (松下電器産業株式会社) 1997.03.31, 【特許請求の範囲】、【0004】、【実施例】、【表 1】、【図 13】、【図 14】 (ファミリーなし)	1, 2, 4-6 3

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の 1 以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

1 3 . 0 8 . 2 0 1 2

国際調査報告の発送日

2 1 . 0 8 . 2 0 1 2

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)
郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5
東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号

特許庁審査官 (権限のある職員)

中村 泰三

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 6 8

4 Q

9 0 4 0

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	WO 2004/024293 A1 (イビデン株式会社) 2004. 03. 25, 請求の範囲、 実施例 1-6、13-15、図 3、8 & US 2005/0016140 A1 & EP 1495791 A1 & WO 2004/024294 A1 & DE 203021503 U & CN 1671458 A	2, 3
Y	JP 2009-537741 A (ローベルト ボツシュ ゲゼルシャフト ミツ ト ベシユレンクテル ハフツング) 2009. 10. 29, 【特許請求の範 囲】、【図 3】 & US 2009/0205301 A1 & EP 2027373 A1 & WO 2007/134897 A1 & DE 102006026161 A & CN 101449034 A	2, 3