

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4758071号
(P4758071)

(45) 発行日 平成23年8月24日 (2011. 8. 24)

(24) 登録日 平成23年6月10日 (2011. 6. 10)

(51) Int. Cl.

F I

B O 1 J 23/42 (2006. 01)

B O 1 J 35/04 (2006. 01)

F O 1 N 3/02 (2006. 01)

B O 1 D 46/00 (2006. 01)

B O 1 D 53/94 (2006. 01)

B O 1 J 23/42 Z A B A

B O 1 J 35/04 3 O 1 E

B O 1 J 35/04 3 O 1 P

B O 1 J 35/04 3 1 1 A

F O 1 N 3/02 3 2 1 A

請求項の数 8 (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2004-99149 (P2004-99149)
 (22) 出願日 平成16年3月30日 (2004. 3. 30)
 (65) 公開番号 特開2005-177733 (P2005-177733A)
 (43) 公開日 平成17年7月7日 (2005. 7. 7)
 審査請求日 平成16年8月19日 (2004. 8. 19)
 審判番号 不服2008-14390 (P2008-14390/J1)
 審判請求日 平成20年6月9日 (2008. 6. 9)
 (31) 優先権主張番号 特願2003-393879 (P2003-393879)
 (32) 優先日 平成15年11月25日 (2003. 11. 25)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 000005441
 バブコック日立株式会社
 東京都千代田区外神田四丁目14番1号
 (74) 代理人 100076587
 弁理士 川北 武長
 (72) 発明者 加藤 泰良
 広島県呉市宝町3番36号 バブコック日
 立株式会社 呉研究所内
 (72) 発明者 道本 孝司
 広島県呉市宝町6番9号 バブコック日立
 株式会社 呉事業所内
 (72) 発明者 宮本 英治
 広島県呉市宝町3番36号 バブコック日
 立株式会社 呉研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 PM含有排ガス浄化用フィルタ、該排ガスの浄化方法および浄化装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

触媒が担持された多孔質波板と多孔質平板の対を基本単位とし、該多孔質波板の波板稜線が交互に直交するように積層された成形体を有し、該成形体の前記波板稜線と直交する側面の一つの面、または該直交する側面であって互いに隣接する二つの面がシールされ、前記多孔質平板を介して前記多孔質波板との間にそれぞれ一酸化窒素を含有する排ガスの流入経路と流出経路が形成され、かつ排ガスの流入経路を形成する多孔質波板および多孔質平板に担持された触媒が、排ガス中の一酸化窒素を二酸化窒素に酸化し、該前記二酸化窒素により前記多孔質平板上に堆積した煤を酸化除去する触媒であることを特徴とするPM含有排ガス浄化用フィルタ。

【請求項 2】

前記酸化触媒が白金を含有することを特徴とする請求項 1 に記載のフィルタ。

【請求項 3】

前記酸化触媒が酸化チタンを含有することを特徴とする請求項 2 に記載のフィルタ。

【請求項 4】

請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の排ガス浄化用フィルタに一酸化窒素を含有する排ガスを供給して該排ガスを浄化するに際し、該排ガスを、前記成形体の多孔質波板と多孔質平板により形成される波板稜線方向の流路から流入させ、一酸化窒素を二酸化窒素に酸化した後、該流路内で酸化したガスを、該波板稜線方向の流路と直交する、前記多孔質平板と多孔質波板により形成される波板稜線方向の隣接する流路から流出させ、前記多孔質平板上

に堆積した煤を前記二酸化窒素により酸化除去することを特徴とするPM含有排ガス浄化方法。

【請求項5】

多孔質波板と多孔質平板の対を基本単位とし、該多孔質波板の波板稜線が交互に直交するように積層された成形体を有し、該成形体の前記波板稜線と直交する側面の一つの面、または該直交する側面であって互いに隣接する二つの面がシールされ、前記多孔質平板を介して前記多孔質波板との間にそれぞれ一酸化窒素を含有する排ガスの流入経路と流出経路が形成されているフィルタであって、前記排ガスの流入経路を形成する多孔質波板の両面と該多孔質波板と接する多孔質平板の片面に一酸化窒素を二酸化窒素に酸化し、該二酸化窒素により前記多孔質平板上に堆積した煤を酸化除去する触媒が担持され、前記排ガスの流出経路を形成する多孔質波板と該多孔質波板と接する多孔質平板の片面には酸化触媒が担持されていないことを特徴とするPM含有排ガス浄化用フィルタ。

10

【請求項6】

前記酸化触媒が白金を含有することを特徴とする請求項5に記載のフィルタ。

【請求項7】

前記酸化触媒が酸化チタンを含有することを特徴とする請求項6に記載のフィルタ。

【請求項8】

請求項5～7のいずれかに記載の排ガス浄化用フィルタに一酸化窒素を含有する排ガスを供給して該排ガスを浄化するに際し、該排ガスを、前記成形体の酸化触媒が担持された多孔質波板と多孔質平板により形成される波板稜線方向の流路から流入させ、一酸化窒素を二酸化窒素に酸化した後、該流路内で酸化したガスを、該波板稜線方向の流路と直交する、触媒が担持されていない前記多孔質平板と多孔質波板により形成される波板稜線方向の隣接する流路から流出させ、前記多孔質平板上に堆積した煤を前記二酸化窒素により酸化除去することを特徴とするPM含有排ガス浄化方法。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、特にディーゼルエンジンから排出されるガス中に含まれる粒状物質(PM)を低通風損失かつ高効率で除去でき、かつ灰や煤が堆積した場合に大掛かりな装置を用いることなく堆積物を除去できるPM含有排ガス浄化用フィルタ、これを用いた排ガス浄化方法および排ガス浄化装置に関する。

30

【背景技術】

【0002】

ディーゼルエンジン(DE)は、内燃機関の中で最も効率の高いものの一つであり、一定出力当りの二酸化炭素(CO₂)の排出量が低く、また重油などの低質燃料を使用できるため、経済的にも優れている。このため、近年、地球温暖化防止のため、エネルギー利用効率が高く、CO₂排出量の低いディーゼルエンジンを用いた車や定置式の発電設備が見直され、多用される傾向にある。

しかし、重質油や軽油を燃料とするディーゼルエンジンは、未燃炭化水素と煤が一体化した粒状物質(PM)の排出量が多く、公害の元凶になっていることが社会問題になっている。このため、ディーゼルエンジンメーカおよび自動車メーカなどの各方面においてDP除去に関する研究、開発が進められ、優れた除去性能を有するフィルタや、前置の酸化触媒やフィルタに酸化触媒を担持して排ガス中の一酸化窒素(NO)を二酸化窒素(NO₂)に酸化して煤を燃焼させ、長期間煤の詰まりを防止するように工夫されたDPフィルタ(DPF)に関する研究・発明がなされている(例えば、非特許文献1等)。

40

【0003】

これらの開発の多くは、排ガスを数μmの多孔質セラミックスの薄壁に通して濾過することを目指したものであり、その形状には、板状または円筒状の金属やセラミックス焼結フィルタ、ハニカム状のセラミックス多孔成形体の目を交互に埋めてフィルタに用いるもの、または微細な金属線織布をフィルタに用いるものなどが知られている。さらに、それ

50

らの目詰まりを防止または緩和するため、これらのフィルタにNOをNO₂に酸化する機能を持たせて煤を酸化燃焼させるものが知られている（例えば、特許文献1、2、非特許文献2等）。

【非特許文献1】産業環境管理協会、環境管理Vol.37, p441-449

【特許文献1】特開平1-318715号公報

【特許文献2】特開昭60-235620号公報

【非特許文献2】自動車技術会学術講演会前刷り集No.22-2

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

10

上記した従来技術は、PMの捕集効率が高く、優れた性能を有するものであるが、軽油や重油を燃料とする場合や、DEを用いた定置式発電設備などに使用する場合には、(i)微細な細孔でPMを濾過することを基本原理とするフィルタ材であり、通風損失が大きく、効率の高いDEの特質を損なうことが多い、(ii)不適切な操作により多量の煤が発生した場合に閉塞を起こしやすく、逆洗や煤の加熱燃焼など閉塞対策が必要になるものが多い、(iii)燃料中の灰分がフィルタ材の細孔に溜り、目詰まりを発生させるために寿命が短くなる、(iv)後流部に脱硝装置を持たない場合には、煤の燃焼に使われなかったNO₂が排出され、黄色煙の発生や二次公害を引き起こす等の問題点を有している。

【0005】

本発明の課題は、上記従来技術の問題点を解決し、目詰まりや灰分の閉塞に強く、逆洗や煤の加熱燃焼など特別の手段を必要とせず、しかも安価な材料で構成した粒状物質の除去フィルタ、これを用いた排ガス浄化方法および浄化装置を提供することにある。

20

【課題を解決するための手段】

【0006】

上記課題を達成するために本願で特許請求される発明は以下の通りである。

(1) 触媒が担持された多孔質波板と多孔質平板の対を基本単位とし、該多孔質波板の波板稜線が交互に直交するように積層された成形体を有し、該成形体の前記波板稜線と直交する側面の一つの面、または該直交する側面であって互いに隣接する二つの面がシールされ、前記多孔質平板を介して前記多孔質波板との間にそれぞれ一酸化窒素を含有する排ガスの流入経路と流出経路が形成され、かつ排ガスの流入経路を形成する多孔質波板および多孔質平板に担持された触媒が、排ガス中の一酸化窒素を二酸化窒素に酸化し、該前記二酸化窒素により前記多孔質平板上に堆積した煤を酸化除去する触媒であることを特徴とするPM含有排ガス浄化用フィルタ。

30

(2) 前記酸化触媒が白金を含有することを特徴とする(1)に記載のフィルタ。

(3) 前記酸化触媒が酸化チタンを含有することを特徴とする(2)に記載のフィルタ。

(4) (1)~(3)のいずれかに記載の排ガス浄化用フィルタに一酸化窒素を含有する排ガスを供給して該排ガスを浄化するに際し、該排ガスを、前記成形体の多孔質波板と多孔質平板により形成される波板稜線方向の流路から流入させ、一酸化窒素を二酸化窒素に酸化した後、該流路内で酸化したガスを、該波板稜線方向の流路と直交する、前記多孔質平板と多孔質波板により形成される波板稜線方向の隣接する流路から流出させ、前記多孔質平板上に堆積した煤を前記二酸化窒素により酸化除去することを特徴とするPM含有排ガス浄化方法。

40

【0007】

(5) 多孔質波板と多孔質平板の対を基本単位とし、該多孔質波板の波板稜線が交互に直交するように積層された成形体を有し、該成形体の前記波板稜線と直交する側面の一つの面、または該直交する側面であって互いに隣接する二つの面がシールされ、前記多孔質平板を介して前記多孔質波板との間にそれぞれ一酸化窒素を含有する排ガスの流入経路と流出経路が形成されているフィルタであって、前記排ガスの流入経路を形成する多孔質波板の両面と該多孔質波板と接する多孔質平板の片面に一酸化窒素を二酸化窒素に酸化し、該二酸化窒素により前記多孔質平板上に堆積した煤を酸化除去する触媒が担持され、前記排

50

ガスの流出経路を形成する多孔質波板と該多孔質波板と接する多孔質平板の片面には酸化触媒が担持されていないことを特徴とするPM含有排ガス浄化用フィルタ。

(6) 前記酸化触媒が白金を含有することを特徴とする(5)に記載のフィルタ。

(7) 前記酸化触媒が酸化チタンを含有することを特徴とする(6)に記載のフィルタ。

(8) (5) ~ (7) のいずれかに記載の排ガス浄化用フィルタに一酸化窒素を含有する排ガスを供給して該排ガスを浄化するに際し、該排ガスを、前記成形体の酸化触媒が担持された多孔質波板と多孔質平板により形成される波板稜線方向の流路から流入させ、一酸化窒素を二酸化窒素に酸化した後、該流路内で酸化したガスを、該波板稜線方向の流路と直交する、触媒が担持されていない前記多孔質平板と多孔質波板により形成される波板稜線方向の隣接する流路から流出させ、前記多孔質平板上に堆積した煤を前記二酸化窒素により酸化除去することを特徴とするPM含有排ガス浄化方法。

10

【発明の効果】

【0008】

本発明のPM含有排ガス浄化用フィルタおよび該排ガスの浄化方法によれば、従来のような高価なセラミックス焼結フィルタを用いることなく、高性能で低圧損の触媒付DPFを実現することができる。また高価なPtなどの酸化触媒の担持量を飛躍的に少なくしてもPMを効率よく燃焼、除去できるため、大幅なコスト低下を図ることができる。また本発明の排ガス浄化用フィルタへの排ガスの流入方向と該フィルタのシール構造を工夫することにより煤塵等によるフィルタの閉塞等を効果的に防止できる排ガス浄化装置を実現することができる。

20

さらに成形体に交互に形成される排ガス流路のうち排ガスが流入する方向の流路にのみ酸化触媒を担持させることにより、PMが除去された以降の流路において排ガス中のNOが酸化され難くなり、系外にNO₂が排出されるのを防止することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

本発明のPM含有排ガス浄化用フィルタは、排ガス中のNOをNO₂に酸化する酸化触媒などの排ガス浄化触媒が担持された多孔質波板と多孔質平板の対を基本単位とし、該多孔質波板の波板稜線が交互に直交するように積層された成形体を有し、該成形体の前記波板稜線と直交する側面の一つの面、または該直交する側面であって互いに隣接する二つの面がシールされている。

30

図1は、本発明の一実施例を示す粒状物質除去フィルタ(DPF)の説明図、図2は本発明に用いられる多孔質波板と多孔質平板からなる基本単位の説明図、図3は該基本単位を積層した成形体の説明図である。

【0010】

図1において、DPFは、ブロック状の成形体(ここではDPFブロックと称する)3とシール材4を備える。該DPFブロック3は、図2に示すように多孔質波板1と多孔質平板2の対からなる基本単位が、図3に示すように多孔質波板1の波板稜線が交互に直交するように複数積層されたものから構成される。シール材4は、該DPFブロック3を構成する多孔質波板1の稜線と直交する方向のブロック3側面の一つの面に設けられる。このようにして多孔質平板2を介して多孔質波板1との間にそれぞれ排ガス(被処理ガス)の流入経路aと排ガス(浄化ガス)の流出経路bが形成される(図4)。

40

【0011】

本発明において、多孔質波板1および多孔質平板2には、シリカアルミナ系セラミックス繊維を用いた不織布や織布、金属繊維織布、コージエライトなどのセラミックスの多孔質焼結体などが用いられる。これらのうち、多孔性に優れた軽量のDPFを得る点からは0.5~0.1mm厚のセラミックス不織布(シート)の使用が特に好ましい。多孔質波板1の波板の形状には特に制限はないが、上記した板厚の場合には、波のピッチを2~10mm、高さを1~5mmの範囲とするのが好ましい。多孔質波板1と多孔質平板2からなる基本形状は、単に積層されているだけでもよいが、無機結合剤により互いに接着され

50

ているのが好ましい。

【0012】

またシール材としては、多孔質波板1の波板稜線方向から流入する排ガスをその流入する面と反対側の面においてその排ガスの通過を阻止することができるものであれば、その素材やシール構造に特に制限はなく、例えば、シールする面の流路内に緻密な無機固化物を用いて栓をする方法、無機繊維マット状シール材を圧着する方法、金属板で蓋をする方法などの手段を採用することができる。また無機繊維製マットに粘度の高いセラミックス接着剤などの結合性の高いものを染み込ませたもので周囲を覆うと同時にマットと担体セル壁とを一体化することにより高強度が得られる。

【0013】

本発明に用いられる多孔質波板1および多孔質平板2には、少なくとも前述の排ガス流入側の排ガス流路において、排ガス浄化触媒、特に排ガス中のNOをNO₂に酸化する酸化触媒成分が担持されていることが必要である。該触媒成分には、例えば、白金(Pt)などの通常の貴金属をチタニア、アルミナ、ジルコニア、シリカなどの高表面積担体に担持させた公知の触媒が用いられるが、イオウ分の多い重油を燃料とした排ガスの処理には、耐酸性に優れたチタニアの使用が特に好ましい。

【0014】

本発明のDPFを用いて排ガスを浄化するには、被処理ガスは、DPFブロック3の多孔質波板1と多孔質平板2により形成される一波板稜線方向から供給される。すなわち、図4に示すように、DPFには、多孔質波板1と多孔質平板2により形成されるA方向の流路aと、これに直交するB方向の流路bが形成されるが、A方向から流入する被処理ガスは、流路a(排ガス流入経路)にのみ流入することができる。一方、流路aに流入したガスは、該流路aの出口部がシール材4でシールされているため、多孔質平板2内の気孔を通過し、該多孔質平板2とこれに隣接する他の多孔質波板1および多孔質平板2により形成されるB方向の流路b(排ガス排出経路)に移動する。排ガスが多孔質平板2内を通過する際にはガス中に含まれるPMが、濾過・除去され、該多孔質平板2の表面に堆積する。このときの状態説明図を図5に示した。なお、図中の5が堆積したPM(粒状物質)である。

【0015】

また、被処理ガスが、流路aおよび流路b内において、多孔質波板1および多孔質平板2に接触すると、該被処理ガス中のNOが、これらに担持されている酸化活性を有する触媒で酸化されてNO₂となり、このNO₂により堆積したPM(煤)が下記式(1)の反応によりCO₂に酸化されて除去される。従って、堆積するPMにより多孔質波板1および多孔質平板2の圧力損失が経時的に上昇したり、閉塞するという弊害を防止することができる。



【0016】

本発明のDPFでは、図5に示すように、流路a内の多孔質波板1の表面にはPMが堆積することがないため、ガス中のNOは、PMが堆積する多孔質平板2の前流に位置する多孔質波板1と効率よく接触することができ、NO₂を効率よく発生させる。従って、多孔質平板2の表面に堆積したPMを効率よく酸化除去することができる。このため、多孔質波板1および多孔質平板2に担持させる触媒の量および高価な貴金属の使用量を大幅に削減しても、PMの酸化を十分に進行させ、堆積物の量を常に少なくすることができ、低圧損での運転が可能となる。なお、従来のハニカム状成形体の流路を交互に埋めて形成したDPFでは、図6に示すように堆積した煤の下層部でNO₂を生成させるため、効率よく煤を燃焼させることができない。

【0017】

また、煤を濾過されたガスは流路bに移動して排出されるが、流路b内にも、NOの酸化触媒が担持された多孔質波板1と多孔質平板2が存在するため、ガス中のNOがNO₂に酸化される。従って、流路bの後流部に尿素やNH₃還元用の脱硝触媒が存在する場合

には、下記式(2)により、極めて速度の早い脱硝反応が優先的に進み、低温時から高効率で排ガス中の NO_x が除去されるため、脱硝性能の向上が可能となる。



【0018】

本発明において、排ガス中の NO を NO_2 に酸化する酸化触媒は、成形体を構成する多孔質波板1および多孔質平板2の全てに担持されていてもよいが、排ガス流入経路を構成する流路a、具体的には排ガスの流入経路を構成する多孔質波板1の両面と該多孔質波板1と接する多孔質平板2の片面にのみ担持されていてもよい。

多孔質波板と多孔質平板の全てに酸化触媒を担持する前者の場合、流路b内でもPMが除去された排ガス中の NO が NO_2 に酸化されるため、フィルタ後流に脱硝装置などを備えていない場合には、生成した毒性の高い NO_2 がそのまま大気中に排出され、二次公害や黄色煙が発生する等の問題が生じる。この場合には、後者のように、排ガス流入経路を構成する流路aのみに酸化触媒を担持させ、排ガス排出経路を構成する流路bには酸化触媒を担持させないようにするのが好ましい。このような構成とすることにより、流路b内での NO の NO_2 への酸化が抑制され、 NO_2 の系外への放出が防止される。

【0019】

流路bの内面に酸化触媒を担持させない場合、担体(多孔質波板1および多孔質平板2)が高剛性であればそのまま使用してもよいが、担体の強度を向上させる場合には、流路bを構成する多孔質波板1の両面およびこれに接する多孔質平板2のそれぞれの片面に、チタニア、アルミナ、ジルコニアなどの不活性な酸化物のスラリまたはゾルを強度向上剤として担持させることができる。

流路aの内面に触媒成分を、流路bの内面に不活性強度向上剤を別々に担持させるには、担体形状の特色を生かし、触媒成分スラリを図4のA方向から流し、反対の方向から抜き出し、また強度向上剤スラリは図4のB方向から流入させて反対から抜き出す方法により容易に行うことができる。この場合にはスラリを流入させない流路面をシール等で覆って保護するのが好ましい。また、図2に示す担体の基本単位の作成時に上記成分をそれぞれ漉き込みやコーティングにより担持させた後、積層してもよい。

【0020】

図7は、本発明の他の実施例を示すDPFの説明図である。図7において、図1と異なる点は、シール材4を、DPFブロック3の波板稜線と直交する側面であってかつ互いに隣接する二つの面に設置した点である。このような構成とすることにより、DPFブロック3に流入した被処理ガスを一方向に流出させることができるため、DPFを組み込んだ反応器のデッドスペースが小さくなり、コンパクトな排ガス浄化装置とすることができる。

【実施例】

【0022】

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

〔実施例1〕

シリカアルミナ繊維の不織布からなる板厚0.2mmの多孔質波板と板厚0.2mmの多孔性平板との積層体(交差コルゲートハニカム、波板ピッチ3.3mm、平板間隔1.9mm、ニチアス製、外寸300mm×300mm×300mm)に、15%の TiO_2 ゾル(石原産業社製)を含浸させ、エアブローにより液切りし、150℃で乾燥し、その後、ジニトロジアンミン白金溶液(Pt濃度:1.33g/L)を含浸させ、再度乾燥後、600℃で焼成してPt担持量0.2g/Lの酸化触媒付DPF用基材を作製した。

【0023】

〔実施例2〕

実施例1において、ジニトロジアンミン白金の濃度を1.33g/Lから0.32g/Lに変えた以外は、実施例1と同様にして酸化触媒付DPF用基材を作製した。

【 0 0 2 4 】

〔 実施例 3 〕

ジニトロジアンミン白金の溶液 (P t 含有量 1 . 7 g / L) に T i O₂ 粉末 (ミレニアム製 G 5、表面積 3 2 0 m² / g) 3 0 0 g を懸濁させたスラリを 8 0 で 2 時間保持し、T i O₂ 表面に P t 成分を吸着させた。本溶液 1 k g にコロイダルシリカ (日産化学製シリカゾル - O S、S i O₂ 濃度 2 0 %) 1 k g を加え、硝酸で p H を調整して流路 a に担持する触媒スラリを得た。

シリカアルミナ繊維の不織布からなる板厚 0 . 2 m m の交差コルゲートハニカム (波板ピッチ 3 . 3 m m、平板間隔 1 . 9 m m、ニチアス製、外寸 3 0 0 m m × 3 0 0 m m × 3 0 0 m m) を用意し、図 4 の A 方向から前記スラリを流し込み反対面から排出する方法で流路 a 内面にのみ触媒成分を担持した。エアーブローにより液切り、1 5 0 乾燥後、6 0 0 で焼成して T i O₂ 担持量 2 5 g / L、P t 担持量 0 . 1 g / L の酸化触媒付 D P F 用基材を作製した。

10

【 0 0 2 5 】

〔 実施例 4 〕

ジニトロジアンミン白金の溶液 (P t 含有量 1 . 7 g / L) に T i O₂ 粉末 (ミレニアム製 G 5、表面積 3 2 0 m² / g) 3 0 0 g を懸濁させたスラリを 8 0 で 2 時間保持し、T i O₂ 表面に P t 成分を吸着させた。本溶液 1 k g にコロイダルシリカ (日産化学製シリカゾル - O S) 1 k g を加え、硝酸で p H を調整して流路 a に担持する触媒スラリを得た。

20

これとは別に、水 7 0 0 g に T i O₂ 粉末 (石原産業製 C R 5 0、表面積 3 m² / g) 3 0 0 g を懸濁させたスラリ 1 k g にコロイダルシリカ (日産化学製シリカゾル - O S、S i O₂ 濃度 2 0 %) 1 k g を加え、硝酸で p H を調整して流路 b に担持する不活性酸化物スラリを得た。

シリカアルミナ繊維の不織布からなる板厚 0 . 2 m m の交差コルゲートハニカム (波板ピッチ 3 . 3 m m、平板間隔 1 . 9 m m、ニチアス製、外寸 3 0 0 m m × 3 0 0 m m × 3 0 0 m m) を用意し、図 4 の A 方向から前記流路 a 用スラリを流し込み反対面から排出する方法で流路 a 内面にのみ触媒成分を担持、エアーブローによる液切り後、1 5 0 乾燥した。その後、図 4 の B 方向から前記流路 b 用スラリを流し込み反対面から排出する方法で流路 b 内面に不活性酸化物を担持、エアーブローによる液切り後、1 5 0 乾燥、6 0 0 で焼成して酸化触媒付 D P F 用基材を作製した。

30

【 0 0 2 6 】

〔 実施例 5 〕

実施例 4 において、流路 b に流し込む不活性成分スラリに替え、流路 a 用に調製した触媒スラリを流路 b に流し混んで触媒を担持させて流路 a および b に N O の酸化成分を担持させた以外は実施例 4 と同様にして酸化触媒付 D P F 用基材を作製した。

【 0 0 2 7 】

〔 比較例 1 〕

ハニカム成形体の流路の開口部に交互に栓をして作製されたコージエライトセラミック製市販 D P F (日立金属社製、セル数 1 0 0 c p s i、5 . 6 6 インチ × 6 インチ長) に、チタニアゾル (石原産業社製、T i O₂ 含有量 3 0 %) を含浸後、遠心分離機で液切りして T i O₂ を 6 0 g / L 担持させ、1 5 0 で乾燥後、さらにジニトロジアンミン白金酸溶液を D P F に対する P t 担持量として 1 . 6 g / L になるように含浸させ、乾燥後、6 0 0 で 2 時間焼成して触媒付 D P F を作製した。

40

【 0 0 2 8 】

〔 比較例 2 〕

比較例 1 において、ジニトロジアンミン白金の濃度を 1 / 8 に薄めて白金担持量を 0 . 2 g / L とした以外は比較例 1 と同様にして触媒付 D P F を作製した。

【 0 0 2 9 】

< 試験例 >

50

実施例 1 ～ 5 で得られた酸化触媒付 D P F 用基材を、長さ 1 5 0 m m、縦 1 5 0 m m、幅 1 1 7 m m の直方体に切り出し、その一面をシール材でシールし、シールされていない面を上向き（ガス供給側）にして、図 9 に示す反応容器に充填した。すなわち、反応容器 7 内に設置された D P F 支持金具 9 に、シールされていない面を上向きにして D P F ブロック 3 を固定した。また比較例 1 および 2 で得られた触媒付 D P F は、円筒状反応器にその周囲をシールして充填した。

これらの反応容器を、A 重油を燃料とするディーゼルエンジン出口に設置し、ガス量 1 0 0 m³ / h のガスを流して下記事項を調べ、結果を表 1 に示した。

- (1) エンジン起動時の黒煙の有無
- (2) 低負荷運転時（D P F 温度約 3 0 0 ）の圧損の上昇の有無
- (3) 1 0 0 % 定格運転時（D P F 温度約 4 0 0 ）の圧損と上昇の有無
- (4) 1 0 0 % 定格運転時の D P F 出入口における粒状物質の濃度
- (5) 1 0 0 % 定格運転時の D P F 出口における N O₂ 濃度

【 0 0 3 0 】

【表 1】

	P t の 担持量 (g/L)	起動時 黒煙の 目視 状況	低負荷時の 圧損上昇	100%負荷時の状況		P M 除去率 (%)	DPF 出 口 N O ₂ 濃度 (ppm)
				圧損 (mmH ₂ O)	経時上昇の 有無		
実施例 1	0.2	なし	僅少	140	なし	90以上	—
実施例 2	0.05	なし	僅少	140	なし	90以上	—
実施例 3	0.1	なし	僅少	140	なし	90以上	40
実施例 4	0.1	なし	僅少	150	なし	90以上	30
実施例 5	0.2	なし	僅少	140	なし	90以上	80
比較例 1	1.6	なし	僅少	160	なし	90以上	220
比較例 2	0.2	なし	急上昇 2 時 間で閉塞	320	5 時間で 40 mmH ₂ O 上昇	90以上	80

【 0 0 3 1 】

得られた結果を表 1 に示したが、本発明の酸化触媒付 D P F は、極めて少ない P t 担持量で効率よく煤を燃焼することが可能であり、圧損を低く抑えることができることがわかった。

表 1 から、本発明の実施例 1 ～ 5 で得られた酸化触媒付 D P F は、比較例の D P F に比べて極めて少ない P t 担持量で効率良く煤を燃焼することが可能であり、圧損も低く抑えられることがわかった。また実施例 3、4 の D P F では、酸化触媒が流路 b（排ガスの排出経路）に担持されていないため、D P F 出口の N O₂ 濃度が低く抑えられており、環境面で優れていることがわかる。一方、実施例 5 の酸化触媒付 D P F では、酸化触媒が排ガス流路全体に担持されているため、D P F 出口の N O₂ 濃度が増大したが、この場合には、D P F の後流に脱硝触媒を設置することにより N O₂ の系外への排出を防止することができる。

これに対し、比較例 1、2 で得られた従来のセラミックス製 D P F では、圧力損失が高くなり、D P F 出口の N O₂ 濃度も増大した。

【産業上の利用可能性】

【 0 0 3 2 】

本発明によれば、特にディーゼルエンジンから排出されるガス中に含まれる粒状物質（P M）を低通風損失かつ高効率で除去でき、かつ灰や煤が堆積した場合に大掛かりな装置を用いることなく除去できるため、環境汚染防止に有用な安価な D P F を提供でき、社会的、経済的効果が大きい。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 3 3 】

【図 1】本発明の一実施例を示す排ガス浄化用フィルタの説明図。

【図 2】多孔質波板と多孔質平板からなる基本単位の説明図。

【図 3】本発明に用いられる D P F ブロックの説明図。

【図 4】本発明における排ガスの流路方向と流出方向の説明図。

【図 5】本発明の D P F における粒状物質の堆積説明図。

【図 6】従来の D P F における粒状物質の堆積説明図。

【図 7】本発明の他の実施例を示す排ガス浄化用フィルタの説明図。

【図 8】実施例で用いた D P F を組み込んだ反応器の説明図。

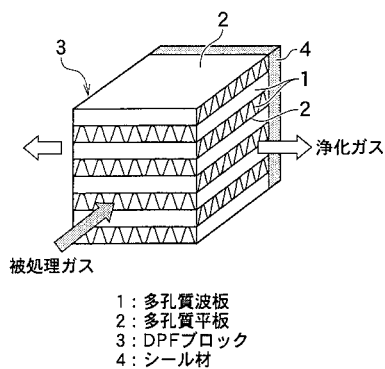
10

【符号の説明】

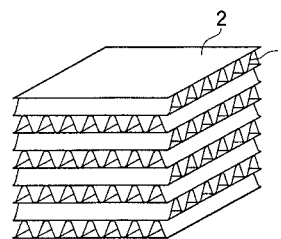
【 0 0 3 4 】

1 ... 多孔質波板、2 ... 多孔質平板、3 ... D P F ブロック、4 ... シール材、5 ... 粒状物質、6 ... セラミックス D P F セル壁、7 ... 反応容器、8 ... フランジ、9 ... D P F 支持金具、10 ... バルブ。

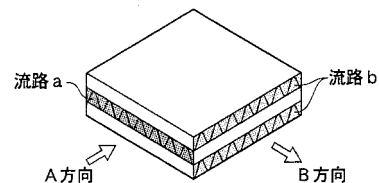
【図 1】



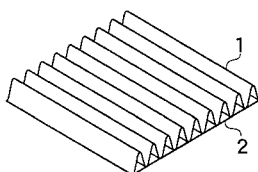
【図 3】



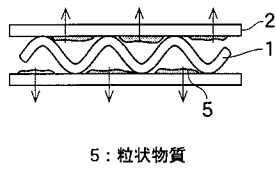
【図 4】



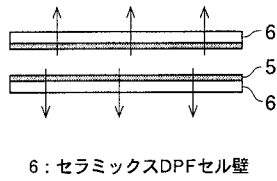
【図 2】



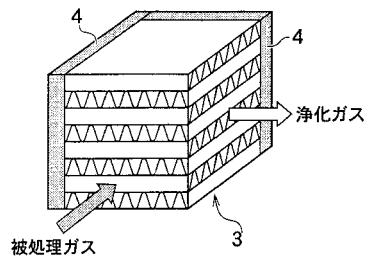
【図 5】



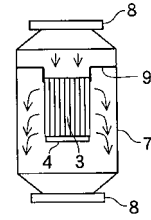
【図 6】



【図 7】



【図 8】



7: 反応容器
8: フランジ
9: DPF支持金具

フロントページの続き

- (51)Int.Cl. F I
 B 0 1 D 46/00 3 0 2
 B 0 1 D 53/36 1 0 4 A
 B 0 1 D 53/36 1 0 4 B
- (72)発明者 今田 尚美
 広島県呉市宝町 3 番 3 6 号 バブコック日立株式会社 呉研究所内
- (72)発明者 藤澤 雅敏
 広島県呉市宝町 3 番 3 6 号 バブコック日立株式会社 呉研究所内
- (72)発明者 小林 和樹
 広島県呉市宝町 3 番 3 6 号 バブコック日立株式会社 呉研究所内
- (72)発明者 石坂 浩
 広島県呉市宝町 3 番 3 6 号 バブコック日立株式会社 呉研究所内
- (72)発明者 広田 健
 広島県呉市宝町 3 番 3 6 号 バブコック日立株式会社 呉研究所内

合議体

審判長 松本 貢
 審判官 中澤 登
 審判官 斉藤 信人

- (56)参考文献 特開 2 0 0 3 - 2 9 3 7 3 0 (J P , A)
 特開昭 6 0 - 2 3 5 6 2 0 (J P , A)
 特開 2 0 0 1 - 3 4 2 8 1 8 (J P , A)
 特開 2 0 0 1 - 2 7 6 5 7 3 (J P , A)
 特開平 0 2 - 0 8 3 2 5 4 (J P , A)
 特許第 3 0 1 2 2 4 9 (J P , B 2)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

B01D53/00-53/96
 B01J21/00-38/74
 F01N 3/00- 3/02,3/04-3/38,9/00