



(51) МПК  
*C04B 35/573* (2006.01)  
*C04B 38/06* (2006.01)  
*B01J 20/20* (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2009113468/03, 10.04.2009

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
 10.04.2009

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:  
 11.04.2008 DE 102008001125.8

(43) Дата публикации заявки: 20.10.2010 Бюл. № 29

(45) Опубликовано: 10.04.2014 Бюл. № 10

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
 поиске: US 2007/0032370 A1, 08.02.2007 . US  
 5707065 A, 13.01.1998 . JP 05084409 A,  
 06.04.1993. RU 2094229 C1, 27.10.1997. RU  
 2155629 C1, 10.09.2000

Адрес для переписки:

105064, Москва, а/я 88, "Патентные поверенные  
 Квашнин, Сапельников и партнеры"

(72) Автор(ы):

**РИСТХАУС Мартин (DE),  
 ВЕНИККЕР Ханс-Йоахим (DE)**

(73) Патентообладатель(и):

**Эвоник Дегусса ГмбХ (DE)**

(54) РЕГЕНЕРИРУЕМЫЙ, КЕРАМИЧЕСКИЙ ФИЛЬТР ТВЕРДЫХ ЧАСТИЦ ВЫХЛОПНЫХ ГАЗОВ  
 ДЛЯ ДИЗЕЛЬНЫХ ТРАНСПОРТНЫХ СРЕДСТВ И СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к получению регенерируемого керамического фильтра твердых частиц выхлопных газов для дизельных транспортных средств. В соответствии с заявленным способом смешивают углеродсодержащие частицы и кремнийсодержащие частицы с органическим веществом, переводят полученную смесь в формованное тело путём экструзии, проводят

пиролиз и силицирование. В качестве органического вещества используют полиамид в количестве 5-15 мас.%. Полученный таким образом фильтр твердых частиц выхлопных газов имеет BET-поверхность более 350 м<sup>2</sup>/г. Технический результат изобретения - повышение производительности фильтра за счёт увеличения его поверхности. 5 з.п. ф-лы, 1 пр.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 511 997**<sup>(13)</sup> **C2**

(51) Int. Cl.  
*C04B 35/573* (2006.01)  
*C04B 38/06* (2006.01)  
*B01J 20/20* (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: **2009113468/03, 10.04.2009**

(24) Effective date for property rights:  
**10.04.2009**

Priority:

(30) Convention priority:  
**11.04.2008 DE 102008001125.8**

(43) Application published: **20.10.2010 Bull. № 29**

(45) Date of publication: **10.04.2014 Bull. № 10**

Mail address:

**105064, Moskva, a/ja 88, "Patentnye poverennye  
Kvashnin, Sapel'nikov i partnery"**

(72) Inventor(s):

**RISTKhaUS Martin (DE),  
VENIKKER Khans-Joakhim (DE)**

(73) Proprietor(s):

**Ehvonik Degussa GmbKh (DE)**

(54) **CLEANABLE CERAMIC FILTER OF DIESEL EXHAUST GAS SOLID PARTICLES AND METHOD OF ITS PRODUCTION**

(57) Abstract:

FIELD: process engineering.

SUBSTANCE: invention relates to automotive industry. In compliance with this invention, carbon-bearing and silicon-bearing particles are mixed with organic matter to mould the obtained mix by extrusion. Then, pyrolysis and siliconising are performed. Said

organic matter represents polyamide taken in amount of 5-15 wt %. Filter of solid particles thus obtained features BET-surface over 350 m<sup>2</sup>/g.

EFFECT: better filter efficiency.

6 cl, 1 ex

R U 2 5 1 1 9 9 7 C 2

R U 2 5 1 1 9 9 7 C 2

Представленное изобретение относится к фильтру для автомобильной индустрии, в частности к регенерируемому керамическому фильтру твердых частиц выхлопных газов для дизельных транспортных средств и способу его получения.

5 С введением EURO V-норм и обязательств для немецкой автомобильной индустрии с 2008 года в каждом новом дизельном транспортном средстве устанавливается фильтр появилась огромная потребность в таких фильтрующих системах. Также имеет место увеличивающееся использование дизельных фильтров твердых частиц выхлопных газов, фильтров во внедорожной области.

10 Частицы в отходящем газе дизеля состоят главным образом из сажи и несгоревших углеводородов. В зависимости от используемого двигателя размеры частиц сажи, с точки зрения значимости, лежат в области примерно 50-100 мкм и адсорбируются на поверхности фильтра до тех пор, пока они, в конце концов, не будут регенерированы после соответствующей нагрузки.

15 В качестве способного функционировать рабочего вещества фильтров для специальных условий использования в дизельных фильтрах предложен карбид кремния. Сегодняшние фильтры для частиц сажи изготавливаются либо экструзией порошка SiC (карбида кремния) и последующей рекристаллизацией, либо прямо из отдельных компонентов - кремния и углерода. Температуры силицирования лежат при этом между 1500 и 2300°C. Фильтр твердых частиц выхлопных газов может без проблем высоко 20 нагружаться и затем термически отжигаться, при этом в режиме частичной нагрузки отходящий газ с высокой долей кислорода достигает фильтра, нагретого до 600°C, и ликвидирует собравшиеся частицы термически.

Для повышения производительности используемого фильтра твердых частиц выхлопных газов для дизелей необходимо предоставить, по возможности, большую 25 поверхность, на которую наслаиваются частицы сажи. За счет используемых до настоящего времени процесса экструзии могла получаться относительно пористая поверхность, которая не показывала все-таки оптимальных адсорбционных свойств.

Известен способ получения пористого  $\beta$ -SiC-содержащего керамического формованного тела, который состоит в том, что включает следующие стадии:

30 а) подготовка пористого кремний- и углеродсодержащего формованного тела, из массы, которая включает кремнийсодержащие частицы предпочтительно с размером зерен из области от 0,001 до 190 мкм и углеродсодержащие частицы предпочтительно с размером зерен из области от 0,001 до 150 мкм, и предпочтительно коксующегося органического связующего средства,

35 б) пиролиз кремний- и углеродсодержащего формованного тела, изготовленного на стадии а), при температуре от 600 до 1000°C, и

с) силицирование кремний- и углеродсодержащего формованного тела посредством нагревания до температуры в области от 1150 и 1700°C с получением  $\beta$ -SiC-содержащего формованного тела (см. европейскую заявку на патент EP 1741 685 A1, 10.01.2007).

40 Полученное керамическое формованное тело может найти применение в качестве носителя катализаторов, горючих вспомогательных средств, изоляционных материалов, материалов для субстратов или для нагревания газа в головке горелки или для солнечных установок, а также в качестве фильтрующих материалов для очистки отходящего газа при высоких температурах.

45 Задачей изобретения является создать регенерируемый керамический фильтр твердых частиц выхлопных газов для дизельных транспортных средств с возможно большей поверхностью с целью улучшения фильтрующих свойств.

Эта задача разрешается с помощью заявляемого способа получения регенерируемого

керамического фильтра твердых частиц выхлопных газов для дизельных транспортных средств за счет смешивания углеродсодержащих частиц и кремнийсодержащих частиц с органическим веществом, перевода полученной смеси в формованное тело с помощью экструзии и последующего пиролиза и силицирования за счет того, что в качестве органического вещества используют полиамид.

Предпочтительно полиамид используется в порошкообразной форме в количестве от 5 до 15%, в частности 7-10%.

В качестве полиамида используется сополиамид с точкой плавления менее 150°C. Сополиамид имеет предпочтительно точку плавления менее 120°C, в особенности менее 110°C.

Сополиамид имеет предпочтительно распределение частиц по размерам между 0 и 200 мкм, в частности, между 0 и 80 мкм, при этом 35-40%, предпочтительно 40-60%, частиц должны иметь размер менее 50 мкм. В качестве сополиамида используется предпочтительно сополиамид, основанной на лауринлактаме, капролактаме, додекандикарбоновой кислоте и метилпентаметилендиамина, например VESTAMELT730-P1.

Кремнийсодержащие частицы, например порошок кремния, в исходной массе имеют размер зерен предпочтительно от 0,001 до 190 мкм и углеродсодержащие частицы, например активированный уголь, имеют размер зерен предпочтительно от 0,001 до 150 мкм. Пиролиз проводится при температуре от 600 до 1000°C и последующее силицирование при исключении кислорода предпочтительно при температуре от 1150 до 1700°C.

Во время пиролиза сополиамид почти полностью термически разлагается и приводит к образованию каналов в стенках с толщиной стенки в области 100-480 мкм, предпочтительно 220-350 мкм. Это приводит к достаточной стабильности при отчетливо увеличенной поверхности, что создает возможность получения явно меньших фильтров. Как раз для отходящего газа дизельного легкового автомобиля необходимо иметь фильтр с меньшим объемом.

Снижение толщины стенки за счет использования сополиамида приводит уже при снижении на 70 мкм и одновременном повышении плотности каналов к отчетливому увеличению внутренней поверхности фильтра при одинаковом объеме.

Заявляемый способ делает возможным получение регенерируемого керамического фильтра твердых частиц выхлопных газов с БЕТ-поверхностью от более 350 м<sup>2</sup>/г до примерно 800 м<sup>2</sup>/г, предпочтительно 600-800 м<sup>2</sup>/г. Этот фильтр твердых частиц выхлопных газов является следующим объектом изобретения.

Пористые SiC-содержащие формованные тела пригодны также для применения в системе отходящего газа транспортного средства или в установке для обработки отходящего газа двигателя внутреннего сгорания, в котором расположено пористое SiC-содержащее формованное тело. Керамическое формованное тело может находить применение также в качестве структуры носителя для катализатора, а также в качестве соответствующей системы катализатора. В качестве примера для этого следует упомянуть наземные транспортные средства, судовые двигатели, строительные транспортные средства, а также машины с двигателем внутреннего сгорания, которые выбрасывают обусловленную системой мелкую пыль.

#### Пример

Полученное для исследований формованное тело из керамики изготавливали из водной керамической суспензии с использованием VESTAMELT 730-P1 порошка. Для этого кремнийсодержащие частицы с распределением зерен в области от 0,001 до 75

мкм смешивали с углеродсодержащими частицами, которые имели распределение зерен в области от 0,001 до 35 мкм, а также с порошком сополиамида с распределением зерен от 0 до 80 мкм и обычными добавками, полученную смесь экструдировали и подвергали пиролизу при 830°C. Уже при этом происходит термическое разложение порошка сополиамида, так что за счет процесса выгорания происходит увеличение внутренней поверхности. В представленном здесь случае внутренняя поверхность может увеличиться до 780 м<sup>2</sup>/г по БЕТ. Затем посредством силицирования при 1450°C в атмосфере аргона образуется карбид кремния SiC, который представляет собой конечный материал для фильтров.

Используется следующий состав материала:

Активированный уголь	8,9%
Порошок кремния	40,0%
VESTAMELT730-P1	8,0%
Вода	24,0%
Фенольная смола	12,5%
Вспомогательное средство	6,6%

#### Формула изобретения

1. Способ получения регенерируемого керамического фильтра твердых частиц выхлопных газов для дизельных транспортных средств посредством смешения углеродсодержащих частиц и кремнийсодержащих частиц с органическим веществом, перевода полученной смеси в формованное тело с помощью экструзии и последующего пиролиза и силицирования, отличающийся тем, что в качестве органического вещества используют полиамид в количестве от 5 до 15%.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что полиамид используют в порошкообразной форме.

3. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что в качестве полиамида используют сополиамид с точкой плавления менее 150°C.

4. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что сополиамид имеет распределение частиц по размерам между 0 и 200 мкм.

5. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что используют сополиамид, основанный на лауринлактаме, капролактаме, додекандикарбоновой кислоте и метилпентаметилендиамине.

6. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что пиролиз проводят при температуре от 600 до 1000°C.