

(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
2016年7月21日(21.07.2016)



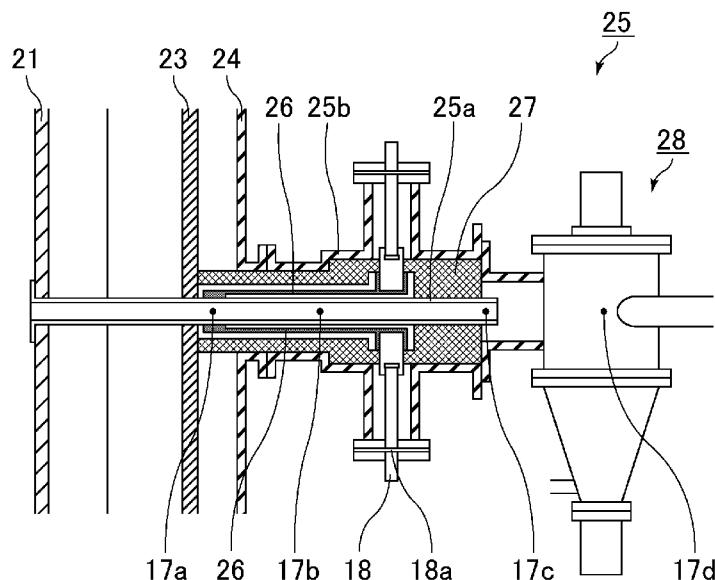
(10) 国際公開番号
WO 2016/114036 A1

- (51) 国際特許分類:
C04B 35/565 (2006.01) *F27D 17/00* (2006.01)
F27B 9/04 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/084254
- (22) 国際出願日: 2015年12月7日(07.12.2015)
- (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 2015-006867 2015年1月16日(16.01.2015) JP
- (71) 出願人: イビデン株式会社 (IBIDEN CO., LTD.)
[JP/JP]; 〒5038604 岐阜県大垣市神田町2丁目1番地 Gifu (JP).
- (72) 発明者: 岩本 昌大 (IWAMOTO Masahiro); 〒5010695 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデン株式会社大垣北事業場内 Gifu (JP). 大橋忠文 (OHASHI Tadafumi); 〒5010695 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデン株式会社大垣北事業場内 Gifu (JP). 橋本 佳典 (HASHIMOTO Yoshinori); 〒5010695 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方
- 1-1 イビデン株式会社大垣北事業場内 Gifu (JP).
- (74) 代理人: 特許業務法人 安富国際特許事務所 (YASUTOMI & ASSOCIATES); 〒5320003 大阪府大阪市淀川区宮原3丁目5番36号 Osaka (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, 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, 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, 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, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーロピア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ユーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,

[続葉有]

(54) Title: CONTINUOUS FIRING FURNACE

(54) 発明の名称: 連続焼成炉



(57) Abstract: The continuous firing furnace of the present invention is used for producing recrystallized SiC by continuously firing a molded article containing SiC particles at 2,000-2,300°C, wherein an exhaust pathway for exhausting gas that contains SiO present in the furnace while maintaining a temperature of 1,500-1,900°C is arranged in the center of the continuous firing furnace.

(57) 要約: 本発明の連続焼成炉は、SiC粒子を含む成形体を2000～2300℃で連続的に焼成処理することにより再結晶SiCを製造するための連続焼成炉であって、上記連続焼成炉の途中に、炉内に存在するSiOを含むガスを、1500～1900℃の温度を保ちながら排気する排気経路が設置されていることを特徴とする。

WO 2016/114036 A1



MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, 添付公開書類:
TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, — 国際調査報告 (条約第 21 条(3))
KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

明 細 書

発明の名称：連続焼成炉

技術分野

[0001] 本発明は、連続焼成炉に関する。

背景技術

[0002] バス、トラック等の車両や建設機械等の内燃機関から排出される排ガス中に含有されるスス等のパーティキュレート（以下、PMという）やその他の有害成分が環境や人体に害を及ぼすことが最近問題となっている。そこで、排ガス中のPMを捕集して排ガスを浄化するハニカムフィルタとして、多孔質SiCからなるハニカム構造体が種々提案されている。また、排ガス中の有害ガスを浄化するためのハニカム触媒として機能するハニカム構造体も提案されている。

[0003] このようなハニカム構造体を製造する際には、まず、SiC粒子を有機バインダ等と混練した後、押出成形用の金型等を用いて所定の形状に成形し、ハニカム成形体を作製する。この後、得られたハニカム成形体を焼成炉で2000～2300℃で焼成処理し、再結晶SiCからなるハニカム焼成体を製造する。

その後、必要により、このハニカム焼成体を、接着材を介して接着したり、ダイヤモンドカッター等を用いて所定の形状に切削加工することにより、ハニカム構造体を製造する。

[0004] ハニカム成形体の焼成処理を、連続焼成炉を用いて行うことにより、効率よく再結晶SiCからなるハニカム焼成体を製造することができる。

連続焼成炉によるハニカム成形体の焼成処理は、アルゴン等の不活性ガス雰囲気中で行われ、室温から次第に温度を上げていき、最高温度2000～2300℃で焼成処理するが、連続焼成炉の温度が1400℃以上の温度領域になると、炭化ケイ素粒子表面の酸化されたSiO₂や、炭化ケイ素に不純物として含まれるSiO₂に起因すると考えられる一酸化ケイ素ガス（SiOガ

ス)が発生する。

[0005] このS i Oガスは、連続焼成炉内の低温の場所に移動するとS i O₂として固化し、焼成炉内のマッフルの内壁等に堆積し、搬送部材上に載置された成形体の移動を妨げるため、搬送部材が搬送停止となったり、上記成形体が搬送部材から転落する等の不都合が発生し、連続操業の妨げとなっていた。

[0006] 上記した不都合の発生を防止するため、特許文献1には、マッフル内の気体に含まれるS i Oを除去する一酸化ケイ素除去手段を排気経路に設けた焼成炉が開示されている。具体的には、マッフルの上面に上下方向に沿って伸びる排気筒が設置され、その内部に一酸化ケイ素を除去する一酸化ケイ素除去材が設けられていた。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特開2002-249385号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] しかしながら、特許文献1に開示された焼成炉では、排気筒は、マッフルの最高温度領域には配置されているものの、排気筒の内部は、余り高い温度に維持されていないため、ガスが焼成炉内から排気筒の内部に入ると直ぐに冷却され、多量のS i O₂が排気筒の内部に析出、堆積し、排気筒に短時間で詰まりが発生し、排気筒を設けない焼成炉と同じになってしまうという問題があった。

[0009] 本発明は、上記問題点に鑑みてなされたものであり、排気経路にS i Oガス等に起因する詰まりが発生せず、また、連続焼成炉の内部にもS i Oガスに起因する堆積物が存在しないため、長時間に渡って連続操業が可能で、効率よく、連続的に再結晶S i Cを製造することが可能な連続焼成炉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

- [0010] 上記目的を達成するために、本発明の連続焼成炉は、S i C粒子を含む成形体を2000～2300℃で連続的に焼成処理することにより再結晶S i Cを製造するための連続焼成炉であって、上記連続焼成炉の途中に、炉内に存在するS i Oを含むガスを、1500～1900℃の温度を保ちながら排気する排気経路が設置されていることを特徴とする。
- [0011] 上記連続焼成炉では、排気経路でS i Oを含むガスの排気を行うが、上記排気経路の内部を通過するガスは、ヒータ等により1500～1900℃の温度に保たれているので、排気経路の内部でS i Oガスが殆ど固化することはない。また、定常的に連続焼成炉の内部のガスが排気経路を経て排出されるので、連続焼成炉の内部は、ガスが排気経路に向かって流れることとなり、S i Oガスは、焼成炉内の低温領域に移動しにくく、連続焼成炉の内部にS i Oガスに起因する堆積物が堆積しにくい。その結果、搬送部材が搬送停止となったり、成形体が搬送部材から転落する等の不都合が発生するのを防止することができ、連続的かつ効率的に再結晶S i Cを製造することができる。
- [0012] 本発明の連続焼成炉では、前記排気経路は、上記連続焼成炉の1500～1900℃の温度領域に設置されていることが望ましい。
- [0013] 上記連続焼成炉で、排気経路は、連続焼成炉の1500～1900℃の温度領域に設置されていると、S i Oガスが固体となって析出することはない、この排気経路を介して連続焼成炉の内部を流通するガスを連続的に排気することにより、ガスは、高い温度領域に向かって流れるので、連続焼成炉の内部にS i Oガスに起因する堆積物がより堆積しにくく、搬送部材が搬送停止となったり、成形体が搬送部材から転落する等の不都合が発生するのをより効果的に防止することができる。
- [0014] 本発明の連続焼成炉では、排気経路は、該排気経路内を流通するガスを加熱するためのヒータを備えていることが望ましい。
- 上記連続焼成炉で、排気経路が、1500～1900℃の温度を保つために、該排気経路内を流通するガスを加熱するためのヒータを備えているので、

容易に上記温度範囲に保つことができ、排気経路内にS i Oガスに起因する堆積物の堆積を防止することができる。

[0015] 本発明の連続焼成炉では、上記ヒータは、炭素製であることが望ましい。

上記連続焼成炉で、排気経路に設置されたヒータが炭素製であっても、連続焼成炉の内部は不活性ガス雰囲気であるので、酸化により劣化しにくく、比較的容易に排気経路内を1500～1900℃に維持することができ、排気経路内にS i Oガスに起因する堆積物の堆積を防止することができる。

[0016] 本発明の連続焼成炉では、上記排気経路の末端には、サイクロン型の捕集装置が設置されていることが望ましい。

上記連続焼成炉では、排気経路の末端に、サイクロン型の捕集装置が設置されることにより、S i Oガスに起因する析出物等を、排気経路外で、効率よく回収することができる。

[0017] 本発明の連続焼成炉では、上記連続焼成炉は、S i C粒子を含み、長さ方向に複数の貫通孔が並設された柱状のハニカム成形体を連続的に焼成処理してハニカム焼成体を製造するための焼成炉であることが望ましい。

[0018] 上記連続焼成炉を、S i C粒子を含み、長さ方向に複数の貫通孔が並設された柱状のハニカム成形体を連続的に焼成処理してハニカム焼成体を製造するための焼成炉として用いることにより、長期間に渡り、連続的に操業を行うことが可能となり、連続的かつ効率的にハニカム焼成体を製造することができる。

図面の簡単な説明

[0019] [図1]図1 (a) は、本発明の連続焼成炉で焼成の対象となるハニカム成形体を模式的に示す斜視図であり、図1 (b) は、図1 (a) に示すハニカム成形体のA-A線断面図である。

[図2]図2は、本発明の連続焼成炉を長手方向に沿って鉛直縦方向に切断した場合を模式的に示す縦断面図である。

[図3]図3は、本発明の連続焼成炉を長手方向に垂直な断面で切断した場合を模式的に示す断面図である。

[図4]図4は、図3に示した連続焼成炉における排気経路の部分を拡大して示した拡大断面図である。

[図5]図5は、本発明の連続焼成炉で製造されるハニカム焼成体を用いたハニカムフィルタを示す斜視図である。

[図6]図6（a）は、図5に示したハニカムフィルタを構成するハニカム焼成体の斜視図であり、図6（b）は、図6（a）に示したハニカム焼成体のB－B線断面図である。

発明を実施するための形態

[0020] 以下、本発明の連続焼成炉について具体的に説明する。しかしながら、本発明は、以下の記載に限定されるものではなく、本発明の要旨を変更しない範囲において適宜変更して適用することができる。

[0021] 本発明の連続焼成炉は、S i C粒子を含む成形体を2000～2300℃で連続的に焼成処理することにより再結晶S i Cを製造するための連続焼成炉であって、前記連続焼成炉の途中に、炉内に存在するS i Oを含むガスを、1500～1900℃の温度を保ちながら排気する排気経路が設置されていることを特徴とする。

[0022] まず、最初に、本発明の連続焼成炉で焼成処理を行う対象となるS i C粒子を含む成形体について説明することにする。

[0023] 上記S i C粒子を含む成形体の作製方法は特に限定されるものではないが、下記する（1）成形体用原料調製工程、（2）成形体作製工程及び（3）脱脂工程を経て得られるものであることが望ましい。以下、上記工程を含むS i C粒子を含む成形体の作製方法について説明していく。

[0024] （1）成形体用原料調製工程

この成形体用原料調製工程では、炭化ケイ素粉末（S i C粒子）、及び、少なくとも有機バインダを含む有機添加物を含む原料組成物を混合して成形体用原料を調製する。

[0025] 炭化ケイ素粉末の粒径等は、特に限定されるものではないが、平均粒子径の異なる2種類の炭化ケイ素粉末を用いることが好ましい。

[0026] 有機添加物としては、有機バインダが挙げられるほか、分散媒液、可塑剤、潤滑剤等が挙げられる。

上記有機バインダとしては、例えば、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリエチレングリコール、フェノール樹脂、エポキシ樹脂等が挙げられる。これらのなかでは、メチルセルロースが好ましい。

[0027] 上記分散媒液としては、例えば、メタノール等のアルコール、ベンゼン等の有機溶媒が挙げられるほか、水が挙げられる。上記可塑剤としては特に限定されず、例えば、グリセリン等が挙げられる。

[0028] 上記潤滑剤としては特に限定されず、例えば、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル等のポリオキシアルキレン系化合物等が挙げられる。上記潤滑剤の具体例としては、例えば、ポリオキシエチレンモノブチルエーテル、ポリオキシプロピレンモノブチルエーテル等が挙げられる。

[0029] 上記成形体用原料を調製する際には、炭化ケイ素粉末、有機バインダ、及び、分散媒液である水を、湿式混合機を用いて混合することにより成形体用原料を調製する。その際、必要により、上記可塑剤や上記潤滑剤等を加えてもよい。

[0030] (2) 成形体作製工程

この成形体作製工程では、調製した成形体用原料を押出成形することにより SiC 粒子を含む成形体（以下、ハニカム成形体という）を作製する。

この工程では、得られた成形体用原料を押出成形機に投入して、押出成形を行い、角柱形状の連続体を作製した後、所定の長さに切断することにより、長手方向に多数のセルが並設された生のハニカム成形体を作製する。この生のハニカム成形体を乾燥機により乾燥させ、ハニカム成形体の乾燥体とする。

[0031] 次いで、ハニカム成形体の乾燥体を構成するセルのいずれかの端部に、封止材ペーストを所定量充填し、貫通孔を目封止する。このような工程を経て、

セルの一端部が目封止されたハニカム成形体を作製する。

[0032] 図 1 (a) は、本発明の連続焼成炉で焼成の対象となるハニカム成形体を模式的に示す斜視図であり、図 1 (b) は、図 1 (a) に示すハニカム成形体の A-A 線断面図である。

図 1 (a) 及び (b) に示すように、作製されたハニカム成形体 100 には、一端部が封止材 120 により目封止された多数のセル 110 が長手方向に並設されており、これらのセル 110 の間には壁部 130 が形成されている。

[0033] (3) 脱脂工程

次に、脱脂工程として、作製されたハニカム成形体を、酸素含有雰囲気中、300～650℃に加熱することにより、有機物を酸化分解させて完全に除去する。

この脱脂処理では、作製された複数のハニカム成形体を所定形状の成形体載置用治具に收容し、さらにハニカム成形体が收容された成形体載置用治具を搬送部材上に載置し、脱脂炉に搬入することにより脱脂処理を行う。

通常は、この脱脂処理が終了したハニカム成形体が載置された上記搬送部材を、そのまま連続焼成炉に搬入することにより、焼成処理を行う。

[0034] 図 2 は、本発明の連続焼成炉を長手方向に沿って鉛直縦方向に切断した切断面を模式的に示す縦断面図であり、図 3 は、本発明の連続焼成炉の焼成エリアを長手方向に垂直な断面で切断した断面を模式的に示す断面図である。また、図 4 は、図 3 に示した連続焼成炉における排気経路の部分を拡大して示した拡大断面図である。

[0035] 図 2 に示すように、本発明に係る連続焼成炉 10 には、入口方向から順次、脱気エリア 11、予熱エリア 12、昇温・焼成エリア 13、徐冷エリア 14、冷却エリア 15、脱気エリア 16 が設けられている。

[0036] 脱気エリア 11 は、搬入する脱脂工程が終了したハニカム成形体 100 の内部や周囲の雰囲気を変えるために設けられており、ハニカム成形体 100 を搬送部材 29 等に載置して搬入した後、一旦、脱気エリア 11 を真空にし、

続いて不活性ガスを導入することにより、ハニカム成形体１００の内部や周囲の雰囲気の不活性ガス雰囲気とする。不活性ガスとしては、アルゴン、窒素等が用いられる。

[0037] 予熱エリア１２では、昇温・焼成エリア１３の熱を利用してハニカム成形体１００の温度を、室温から１０００℃付近まで徐々に昇温させる。

[0038] 次に、昇温・焼成エリア１３でさらに温度を上昇させ１９００℃まで昇温させた後、２０００～２３００℃で焼成を行なう。この昇温・焼成エリア１３内での加熱工程は、焼成工程に相当し、再結晶ＳｉＣからなるハニカム焼成体（以下、ハニカム焼成体という）が製造される。徐冷エリア１４では、焼成後のハニカム焼成体を徐々に冷却し、さらに冷却エリア１５で室温に近い温度まで冷却する。そして、脱気エリア１６にハニカム成形体１００を搬入した後、不活性ガスを抜いて空気を導入し、ハニカム焼成体を搬出することにより、ハニカム成形体１００の焼成処理の一連の流れが完了する。

[0039] 次に、上記連続焼成炉の構成の一例を説明する。

図２、図３及び図４に示したように、連続焼成炉１０において、ハニカム成形体１００の焼成を行う予熱エリア１２、昇温・焼成エリア１３、徐冷エリア１４及び冷却エリア１５は、ハニカム成形体１００を収容する空間を確保するように形成された筒状のマッフル２１が配置されており、昇温・焼成エリア１３では、マッフル２１の上方及び下方に所定間隔で加熱用ヒータ２２が配設されている。

[0040] また、連続焼成炉１０は、マッフル２１と加熱用ヒータ２２とをその内部に含むように設けられた断熱材２３と、断熱材２３の外側に配設された炉材２４とを備えており、炉材２４により周囲の雰囲気と隔離されている。

[0041] マッフル２１は、図示しない支持部材により床部分の全体が支持されており、搬送部材２９上に配置されたハニカム成形体１００を移動させることができるように構成されている。マッフル２１は、脱気エリア１１、１６および冷却エリア１５を除いた全域に設けられている。マッフル２１の内部にはコンベア等の輸送手段が設けられていてもよい。この場合、搬送部材２９を輸

送手段に載置することにより、ハニカム成形体 100 の自動輸送が可能となる。

- [0042] 予熱エリア 12、昇温・焼成エリア 13 及び徐冷エリア 14 には、断熱材 23 が設置されており、昇温・焼成エリア 13 では、断熱材 23 は加熱用ヒータ 22 のさらに外側に設けられており、適宜固定部材により固定されている。そして、一番外側には、脱気エリア 11、16 を除いた全域にわたって炉材 24 が設けられている。
- [0043] また、図 3 及び図 4 に示すように、昇温・焼成エリア 13 内の 1500～1900℃の温度領域には、炉内に存在する SiO を含むガスを、1500～1900℃の温度を保ちながら排気する排気経路 25 が設置されている。
- [0044] 図 4 に示すように、この排気経路 25 は、排気経路 25 の内部を流通するガスを加熱するためのヒータ 26 を備えている。ヒータ 26 は、内部配管 25a を取り囲むように配設されている。ヒータ 26 の材料は特に限定されるものではないが、排気経路 25 のガスが流通するセラミック製の内部配管 25a 内の温度を 1500～1900℃に保つ必要があり、この点から炭素製のヒータであることが望ましい。内部配管 25a の内径は、30～150mm であることが望ましい。30mm 未満では、排気量が不十分になったり、排気経路 25 内に SiO₂ が堆積することがあり、150mm より大きいと焼成炉内の熱が排気経路 25 から逃げエネルギーロスにつながってしまったり、排気流速が遅くなり、SiO ガスを含むガスが十分に排気されず、焼成炉内に SiO₂ が堆積することがある。
- [0045] また、ヒータ 26 の外側の外周には、ヒータ 26 を保温し、かつ、外側に配設された金属製の外部配管 25b の温度上昇を防止するための断熱層 27 が配置されている。断熱層 27 の材料は特に限定されるものではないが、多孔質の炭素製であることが望ましい。
- [0046] さらに、排気経路 25 の末端には、サイクロン型の捕集装置 28 が設置されている。捕集装置 28 の構造は特に限定されるものではないが、小さな粉末でも捕集が可能であること、捕集装置 28 が詰まるのを防止することが可能

である点からサイクロン型が望ましい。

また、この排気経路 25 には、3 個所に測温器 17 a、17 b、17 c が設けられるとともに、捕集装置 28 内にも、測温器 17 d が設けられており、捕集装置 28 に近い排気経路 25 にも、測温器 17 c が設けられており、常時、排気経路 25 の温度を監視している。測温器としては、熱電対、放射温度計などが使用できる。温度を監視するための測温器の数は、上記に限定されるものではない。

[0047] 連続焼成炉 10 に搬入される脱脂処理されたハニカム成形体 100 は、炉内の温度が 1400℃を超えると、炭化ケイ素粒子表面の酸化された SiO_2 や、炭化ケイ素に不純物として含まれる SiO_2 に起因すると考えられる一酸化ケイ素ガス (SiO ガス) が発生する。

連続焼成炉 10 の内部は、常に大気圧よりも高い気圧に維持されているので、連続焼成炉 10 の内部のガスは、昇温・焼成エリア 13 に配置された排気経路 25 を通過し、捕集装置 28 を通って外部に放出される。そして、捕集装置 28 を通過し、固化した SiO_2 は、捕集装置 28 により捕集される。排気経路 25 を通過するガスの流通量は、焼成炉の容量にもよるが、5～100 Nm^3/hr であることが望ましい。なお、捕集装置 28 では、連続焼成炉 10 より排出されるガスを冷却するために、アルゴン等の不活性ガスを導入することが望ましい。

[0048] 従って、発生した SiO ガスも、排気経路 25 を通過するが、排気経路 25 の内部を通過するガスは、ヒータ等により 1500～1900℃の温度に保たれているので、排気経路 25 の内部で SiO ガスが殆ど固化することはない。また、定常的に連続焼成炉 10 の内部のガスが排気経路 25 を経て排出されるので、連続焼成炉 10 の内部は、ガスが排気経路 25 に向かって流れることとなり、 SiO ガスは、連続焼成炉 10 内の低温領域に移動しにくく、連続焼成炉 10 の内部に SiO ガスに起因する堆積物が堆積しにくい。その結果、搬送部材 29 が搬送停止となったり、ハニカム成形体 100 が搬送部材 29 から転落する

等の不都合が発生するのを防止することができる。

[0049] 連続焼成炉を通過し、ハニカム成形体の焼成処理が終了することにより、多孔質のハニカム焼成体を製造することができる。ハニカム焼成体の構造は、基本的に、図1に示したハニカム成形体100と同様である。

[0050] 得られたハニカム焼成体を用いてハニカムフィルタを製造する際には、上記ハニカム焼成体の側面に、接着材ペーストを塗布して接着材ペースト層を形成し、この接着材ペースト層を介して順次他のハニカム焼成体を積層する。この手順を繰り返して所定数のハニカム焼成体が接着材ペースト層を介して接着されたハニカム焼成体の集合体を作製する。なお、接着材ペーストとしては、例えば、無機バインダと有機バインダと無機繊維及び／又は無機粒子とからなるものを使用することができる。

[0051] 次に、このハニカム焼成体の集合体を加熱して接着材ペースト層を乾燥、固化させて接着材層とする。その後、ダイヤモンドカッター等を用いてハニカム焼成体の集合体に切削加工を施してセラミックブロックとし、セラミックブロックの外周面に外周コート材ペーストを塗布して乾燥固化させることにより外周コート層を形成することにより、ハニカムフィルタを製造することができる。上記外周コート材ペーストとして、接着材ペーストと同様の組成のものを使用することができる。

[0052] 図5は、本発明の連続焼成炉で製造されるハニカム焼成体を用いたハニカムフィルタを示す斜視図である。図6(a)は、図5に示した本発明のハニカムフィルタを構成するハニカム焼成体の斜視図であり、図6(b)は、図6(a)に示したハニカム焼成体のB-B線断面図である。

[0053] 図5に示すように、本発明のハニカムフィルタ40は、炭化ケイ素からなる多孔質のハニカム焼成体30が、接着材層41を介して複数個組み合わされて円柱状のセラミックブロック45を構成し、このセラミックブロック45の周囲にコート層42が形成されている。

[0054] 図5に示したハニカムフィルタ40では、セラミックブロックの形状は円柱状であるが、本発明において、セラミックブロックは、柱状であれば円柱状

に限定されることはなく、例えば、楕円柱状や角柱状等任意の形状のものであってもよい。

[0055] 図6に示すハニカム焼成体30は、図1(a)及び(b)に示したハニカム成形体100が脱脂、焼成されることにより製造されたものであり、長手方向に多数のセル31が並設され、セル31のいずれかの端部が目封止されているため、セル31同士を隔てるセル隔壁33がフィルタとして機能するようになっている。即ち、ハニカム焼成体30に形成されたセル31は、図6(b)に示したように、排気ガスの入口側又は出口側の端部のいずれかが封止材32により目封じされ、一のセル31に流入した排気ガスは、必ずセル31を隔てるセル隔壁33を通過した後、他のセル31から流出するようになっている。

[0056] このように構成されたハニカムフィルタでは、内燃機関から排出される排ガス中に含有されるスス等のPMを捕集することにより、排ガスを浄化することができる。

[0057] (実施例)

以下、本発明の実施形態をより具体的に開示した実施例を示す。なお、本発明はこれらの実施例のみに限定されるものではない。

[0058] (実施例1)

(1) ハニカム焼成体の製造

まず、成形体用原料調製工程として、平均粒子径 $22\mu\text{m}$ を有する炭化ケイ素の粗粉末52.0重量%と、平均粒子径 $0.5\mu\text{m}$ の炭化ケイ素の微粉末22.2重量%とを混合し、得られた混合物に対して、有機バインダ(メチルセルロース)3.9重量%、潤滑剤(日油社製 ユニループ)2.3重量%、グリセリン1.0重量%、シリカ粉末6.5重量%、及び、水12.1重量%を加えて混練して成形体用原料(湿潤混合物)を得た。

[0059] この後、成形体作製工程として、得られた成形体用原料を用いて押出成形を行い、SiC粒子を含む生ハニカム成形体を得た。次いで、マイクロ波乾燥機を用いて上記生のハニカム成形体を乾燥させることにより、ハニカム成

形体の乾燥体を作製した。

[0060] その後、ハニカム成形体の乾燥体の所定のセルに封止材ペーストを充填してセルの封止を行い、図1(a)及び(b)に示す目封止されたハニカム成形体100を得た。なお、上記湿潤混合物を封止材ペーストとして使用した。セルの封止を行った後、封止材ペーストを充填したハニカム成形体の乾燥体を再び乾燥機を用いて乾燥させた。

[0061] 上記のようにして得られた複数のハニカム成形体を、搬送部材29上に設置された載置治具上に載置し、400℃で脱脂処理を行った後、連続的に図2、図3及び図4に示す構成の連続焼成炉10に搬入して、アルゴン雰囲気中、2200℃、3時間の条件で焼成処理を行った。

[0062] ハニカム成形体の焼成処理を行っている間、連続焼成炉10に設けられた排気経路25からガスを20Nm³/hrの条件で排気させ、サイクロンを稼働させてアルゴンを導入し、固化したSiO₂を回収した。

排気経路25の設定温度は、1900℃とし、連続焼成炉出口(t1)、排気経路中央(t2)、排気経路出口(t3)、サイクロン内(t4)の4ヶ所において、熱電対17a、17b、17c、17dで温度を測定した。その結果、t1=1900℃、t2=1895℃、t3=1500℃、t4=806℃であった。

[0063] サイクロンにより回収した粉末の組成は、C:30.00mol%、O:28.94mol%、Si:14.70mol%、Ca:14.13mol%、Fe:5.24mol%、その他の成分:6.98mol%であり、排気経路を設けなかった連続焼成炉において、低温領域で析出した固体の組成とほぼ同様の組成であった。

[0064] 上記条件で、連続焼成炉10を8時間、連続稼働させたが、排気経路25に詰まりは全く見られず、連続焼成炉10の内部にSiO₂の固化物も殆ど観察されなかった。なお、連続焼成炉10は、実施例1を行う前に、炉内に析出したSiO₂の固化物を除去しておいた。

[0065] (比較例1)

連続焼成炉に設ける排気経路にヒータを設けなかったほかは、実施例 1 と同様に、排気経路よりガスを排気させた。

その結果、連続焼成炉 10 を 8 時間、連続稼働させた時点で、排気経路 25 に 22.2 g の堆積物が発生した。

なお、サイクロンにより回収した粉末の組成は、C : 33.75 mol %、O : 30.55 mol %、Si : 10.12 mol %、Ca : 10.55 mol %、Fe : 5.91 mol %、その他の成分 : 9.44 mol % であり、実施例 1 で回収した粉末と、その組成は余り変わらなかった。

符号の説明

- [0066] 10 連続焼成炉
- 11、16 脱気エリア
- 12 予熱エリア
- 13 昇温・焼成エリア
- 14 徐冷エリア
- 15 冷却エリア
- 17 (17a、17b、17c、17d) 測温器 (熱電対)
- 21 マッフル
- 22 加熱用ヒータ
- 23 断熱材
- 24 炉材
- 25 排気経路
- 25a 内部配管
- 25b 外部配管
- 26 ヒータ
- 27 断熱層
- 28 捕集装置
- 29 搬送部材
- 30 ハニカム焼成体

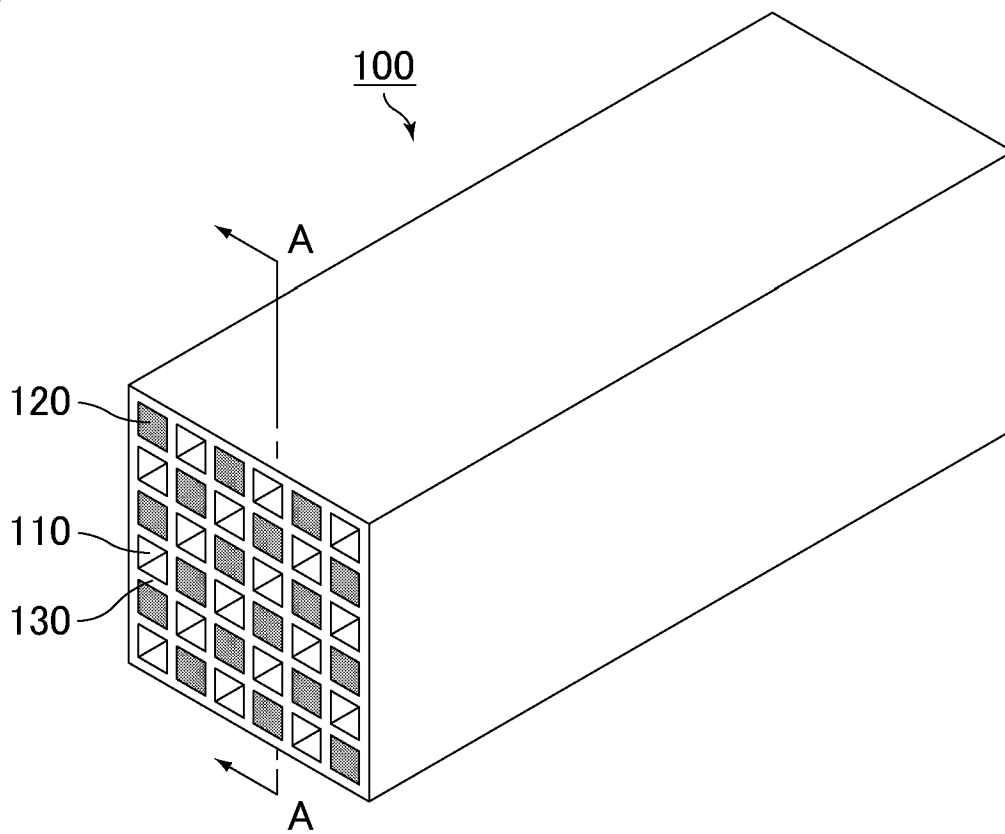
- 3 1 セル
- 3 2 封止材
- 3 3 セル隔壁
- 4 0 ハニカムフィルタ
- 4 1 接着材層
- 4 2 コート層
- 4 5 セラミックブロック
- 1 0 0 ハニカム成形体
- 1 1 0 セル
- 1 2 0 封止材
- 1 3 0 壁部

請求の範囲

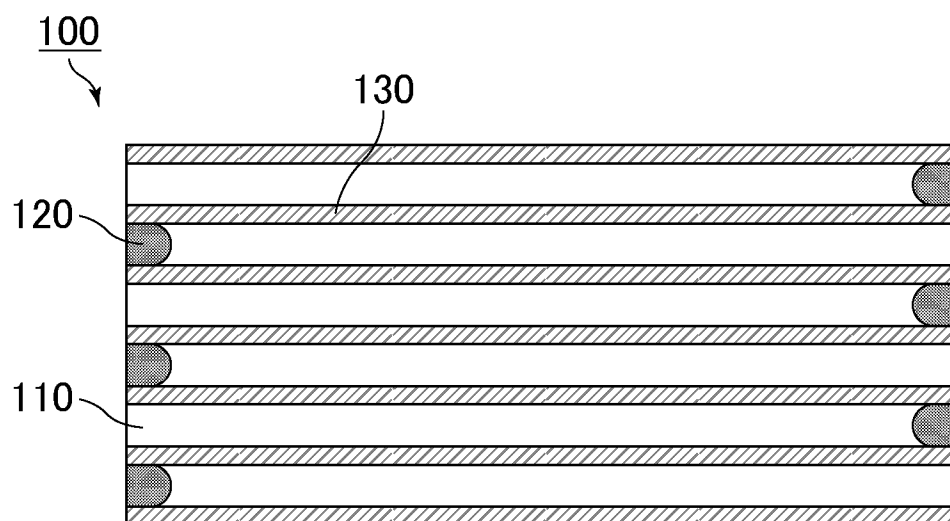
- [請求項1] S i C粒子を含む成形体を2000～2300℃で連続的に焼成処理することにより再結晶S i Cを製造するための連続焼成炉であって、前記連続焼成炉の途中に、炉内に存在するS i Oを含むガスを、1500～1900℃の温度を保ちながら排気する排気経路が設置されていることを特徴とする連続焼成炉。
- [請求項2] 前記排気経路は、前記連続焼成炉の1500～1900℃の温度領域に設置されている請求項1に記載の連続焼成炉。
- [請求項3] 前記排気経路は、該排気経路内を流通するガスを加熱するためのヒータを備えている請求項1又は2に記載の連続焼成炉。
- [請求項4] 前記ヒータは、炭素製である請求項1～3のいずれかに記載の連続焼成炉。
- [請求項5] 前記排気経路の末端には、サイクロン型の捕集装置が設置されている請求項1～4のいずれかに記載の連続焼成炉。
- [請求項6] 前記連続焼成炉は、S i C粒子を含み、長さ方向に複数の貫通孔が並設された柱状のハニカム成形体を連続的に焼成処理してハニカム焼成体を製造するための焼成炉である請求項1～5のいずれかに記載の連続焼成炉。

[図1]

(a)

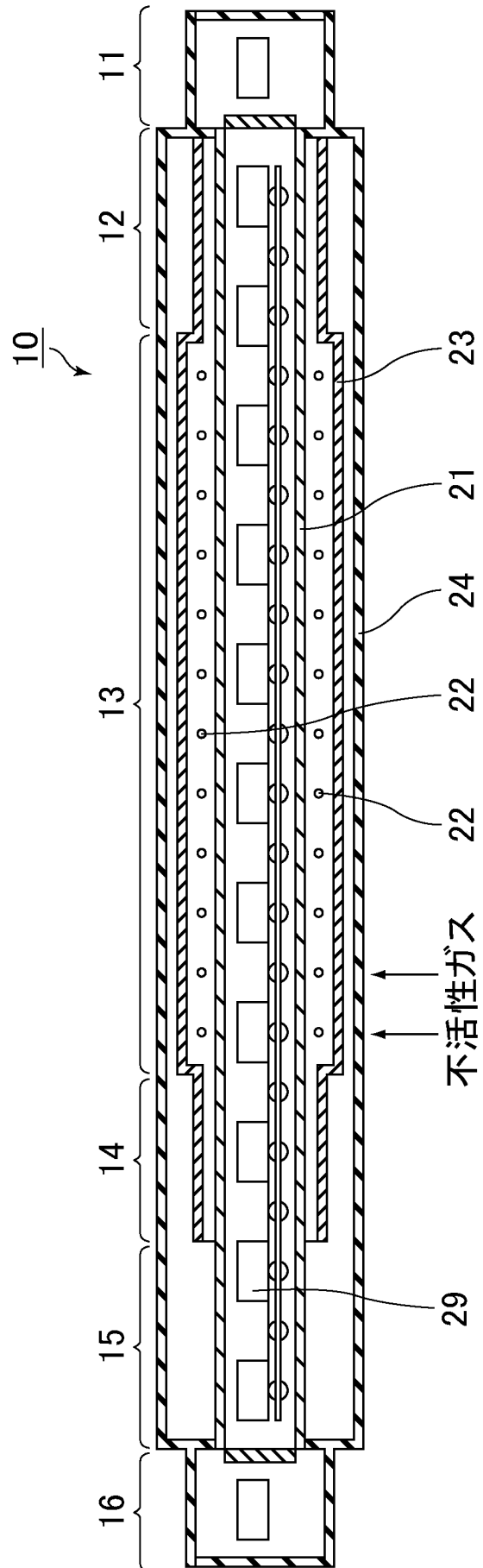


(b)

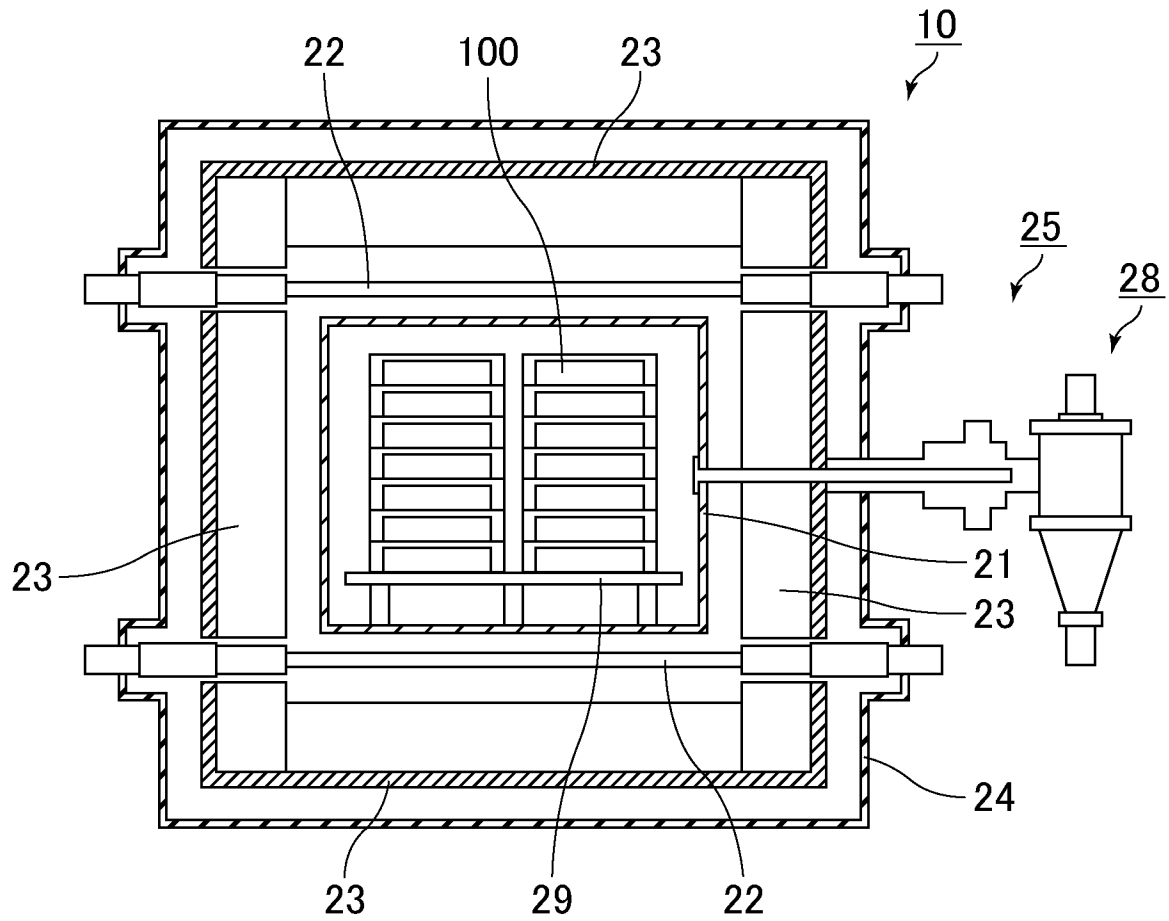


A-A線断面図

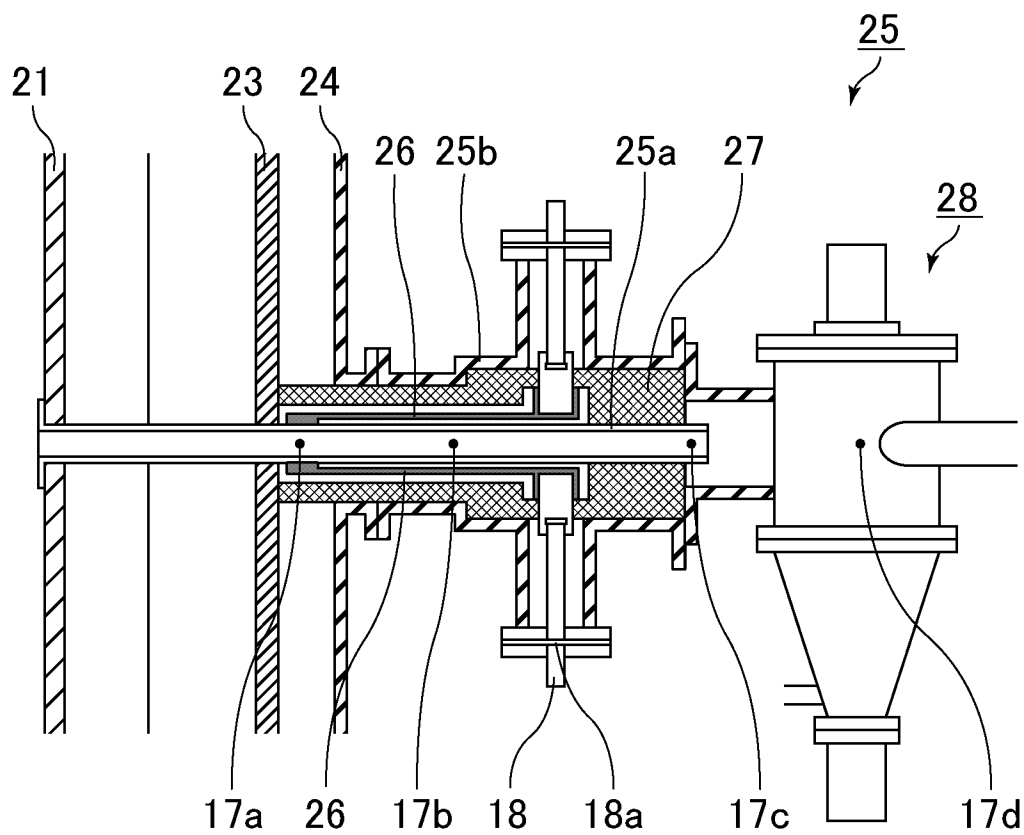
[図2]



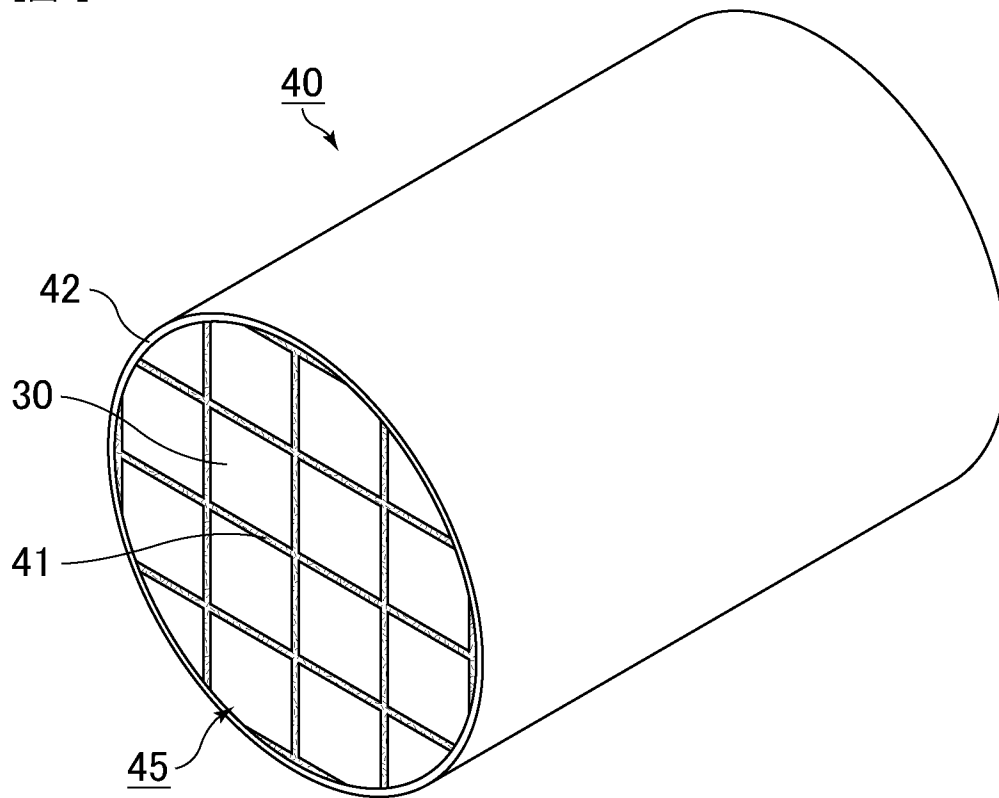
[図3]



[図4]

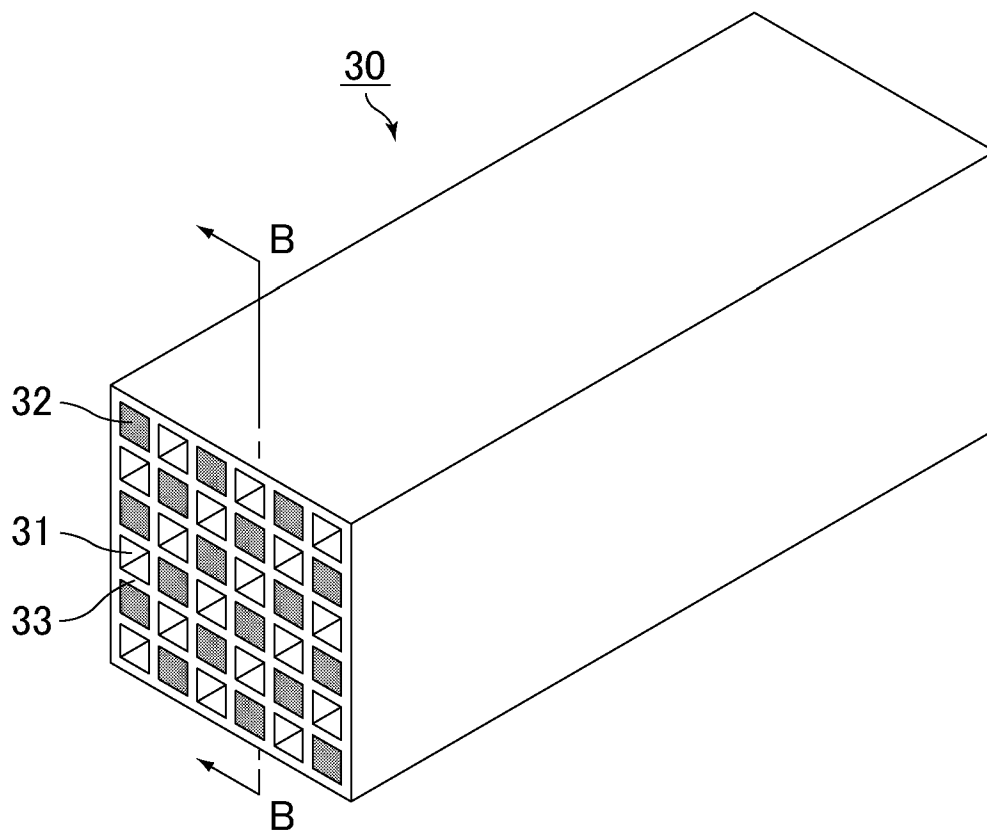


[図5]

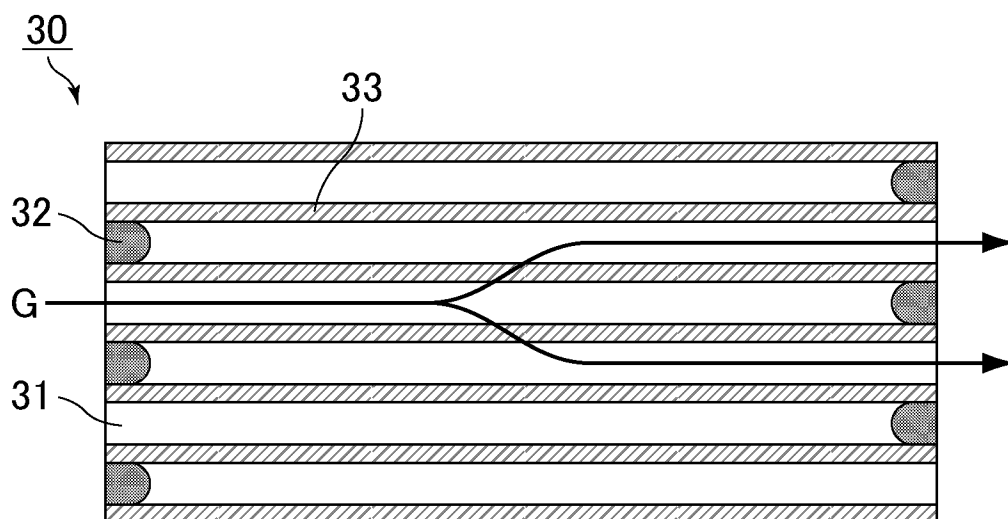


[図6]

(a)



(b)



B-B線断面図

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/084254

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C04B35/565(2006.01)i, F27B9/04(2006.01)i, F27D17/00(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)

C04B35/565, F27B9/04, F27D17/00

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	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

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.
Y	JP 2002-249385 A (Ibiden Co., Ltd.), 06 September 2002 (06.09.2002), claims; paragraphs [0022], [0030] (Family: none)	1-6
Y	JP 9-25112 A (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 28 January 1997 (28.01.1997), claims; paragraphs [0002] to [0004], [0009] to [0010] (Family: none)	1-6
Y	JP 2001-261442 A (NGK Insulators, Ltd.), 26 September 2001 (26.09.2001), claims; paragraph [0016] (Family: none)	1-6

☒ 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
19 January 2016 (19.01.16)

Date of mailing of the international search report
26 January 2016 (26.01.16)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/084254

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 2007/091451 A1 (NGK Insulators, Ltd.), 16 August 2007 (16.08.2007), claims; paragraphs [0006], [0019] & JP 5134376 B & US 2008/0280244 A1 claims; paragraphs [0007], [0034] & EP 1983284 A1 & KR 10-2008-0091229 A	2

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. C04B35/565(2006.01)i, F27B9/04(2006.01)i, F27D17/00(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（IPC））

Int.Cl. C04B35/565, F27B9/04, F27D17/00

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	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016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
Y	JP 2002-249385 A（イビデン株式会社）2002.09.06, 特許請求の範囲, [0022], [0030]（ファミリーなし）	1-6
Y	JP 9-25112 A（信越化学工業株式会社）1997.01.28, 特許請求の範囲, [0002] - [0004], [0009] - [0010]（ファミリーなし）	1-6
Y	JP 2001-261442 A（日本碍子株式会社）2001.09.26, 特許請求の範囲, [0016]（ファミリーなし）	1-6

☑ 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

19.01.2016

国際調査報告の発送日

26.01.2016

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）

郵便番号100-8915

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）

小川 武

4 T

9270

電話番号 03-3581-1101 内線 3465

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 2007/091451 A1 (日本碍子株式会社) 2007.08.16, 特許請求の範囲, [0 0 0 6], [0 0 1 9] & JP 5134376 B & US 2008/0280244 A1 特許請求の範囲, [0 0 0 7], [0 0 3 4] & EP 1983284 A1 & KR 10-2008-0091229 A	2