



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1009101A3

NUMERO DE DEPOT : 09400319

Classif. Internat. : B28B

Date de délivrance le : 05 Novembre 1996

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété industrielle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 25 Mars 1994 à 14H45 à l'Office de la Propriété Industrielle

ARRETE :

ARTICLE 1.- Il est délivré à : NGK INSULATORS, LTD
2-56, Suda-Cho, Mizuho-Ku, NAGOYA CITY, AICHI Pref.(JAPON)

représenté(e)(s) par : VOSSWINKEL Philippe, GEVERS Patents S.A., Brussels Airport
Bus. Park-Holidaystr. 5-1831 DIEGEM.

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : LOT DE MATIERE CERAMIQUE POUR DES CORPS STRUCTURELS CERAMIQUES.

INVENTEUR(S) : Takeshi Ito, 629 Franklin Grove Drive Morresville, North Carolina 28115 (US); Yukihisa Wada, 110-812 Aza-Kabuyama, Ohaza- Umemori, Nisshin-Cho, Aichi-Gun, Aichi Pref. (JP)

PRIORITE(S) 26.03.93 JP JPA 5067896

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeur(s).

Bruxelles, le 05 Novembre 1996
PAR DELEGATION SPECIALE :

WUYTS L
Directeur

**"Lot de matière céramique
pour des corps structurels céramiques"**

La présente invention est relative à un lot de matière céramique utilisée comme matière première pour l'extrusion de corps structurels céramiques, spécialement à un lot de matière céramique pour des corps structurels céramiques ayant une bonne aptitude de conservation de forme et une bonne capacité d'écoulement après une opération d'extrusion.

D'une manière générale, les corps structurels céramiques peuvent être formés par extrusion de lots de matière céramique préparés par mélange de matières premières céramiques, de liants, de solvants, et en outre d'agents tensioactifs, d'agents plastifiants, de matières analogues à des fibres, si nécessaire, au moyen d'une matrice d'extrusion. Cette matrice d'extrusion pour des corps structurels céramiques comprend des voies de déchargement de lots constituées de canaux de formage ayant une forme à rayures transversales et des voies d'alimentation de lots constituées de trous d'alimentation agencés en des points transversaux des canaux de formage. Dans le cas où les lots de matière céramique sont passés à travers les voies d'alimentation de lots et les voies de déchargement de lots de la matrice d'extrusion, si la capacité d'écoulement des lots de matière céramique (capacité de déformation plastique) est mauvaise, une opération de compactage des lots de matière céramique n'est pas effectuée, et donc les lots de matière céramique sont extrudés tels quels alors qu'ils ne sont pas formés en une forme de nid d'abeilles, ou une surface des lots de matière

céramique extrudée devient une surface rugueuse. Au contraire, si la capacité d'écoulement des lots de matière céramique est bonne, une opération de compactage des lots de matière céramique est effectuée complètement et donc les lots de matière céramique sont extrudés sous une forme de nid d'abeilles uniforme. Dans ces cas mentionnés ci-dessus, la structure de matrice à utiliser est la même et l'effort d'extrusion est toujours constant. Cependant, si la capacité d'écoulement des lots de matière céramique est améliorée seule de façon à améliorer la résistance de compactage, les corps structurels après l'opération d'extrusion sont déformés par leur poids ou ils sont aisément déformés dans les étapes suivantes par un effort appliqué sur eux, comme des vibrations engendrées pendant les étapes suivantes.

De plus, dans la demande de brevet japonaise publiée n° hei 1-130906, on décrit un procédé d'amélioration de la résistance de compactage des lots de matière céramique dans la matrice d'extrusion. Dans ce procédé, la matrice d'extrusion a une construction en deux étages telle qu'il y a des voies de formation en nid d'abeilles agencées d'un côté amont des voies de déchargement de lots et des voies de relaxation d'effort agencées d'un côté aval des voies de déchargement de lots, et les largeurs des canaux sont déterminées de telle manière que la largeur de la voie de formation de nid d'abeilles est plus petite que celle de la voie de relaxation d'effort.

De plus, dans la demande de brevet japonaise publiée n° hei 2-60713, la matrice d'extrusion présente une construction à étages multiples comprenant les voies de formation en nid d'abeilles et au moins une des voies de relaxation d'effort, et la rugosité de surface des voies mentionnée ci-dessus est respectivement déterminée.

Cependant, dans les procédés conventionnels mentionnés ci-dessus, les largeurs des voies de déchargement de lots doivent être partiellement modifiées et la rugosité de surface des voies doit être ajustée respectivement. Par conséquent, il est nécessaire d'effectuer des opérations d'usinage supplémentaires et, si la largeur de la voie de déchargement de lots devient inférieure à 500 μm , il est extrêmement difficile d'usiner les voies.

La présente invention a pour objet d'éliminer les inconvénients mentionnés ci-dessus et de procurer un lot de matière céramique pour des corps structuraux céramiques ayant une bonne aptitude de conservation de forme et une bonne capacité d'écoulement après une opération d'extrusion, non pas par contrôle de la structure de la matrice d'extrusion, mais par contrôle du lot de matière céramique lui-même.

Suivant l'invention, un lot de matière céramique utilisé comme matière première pour l'extrusion d'un corps structural céramique comprend, lorsqu'une variation de contrainte en fonction du temps est mesurée si un effort constant est appliqué à une température d'extrusion, une propriété telle que

$$\eta_0/G_0 \leq 105 \text{ (sec)}, \text{ et}$$
$$\eta_1/G_1 \leq 70 \text{ (sec)},$$

où

- (1) l'élasticité 0 (G_0 :Pa) est une valeur obtenue en divisant l'effort par une contrainte engendrée lorsque l'effort est appliqué,
- (2) la viscosité 0 (η_0 :Pa·sec) est une valeur obtenue en divisant l'effort par une valeur de la variation de la contrainte en fonction du temps (dénommée ci-après en abrégé vitesse de partage (share speed)) lorsqu'elle peut être quasiment constante après la poursuite de l'application de l'effort,

- 4 -

(3) l'élasticité 1 (G_1 :Pa) est une valeur obtenue en divisant l'effort par une contrainte qui est obtenue en substituant la contrainte engendrée lorsque l'effort est appliqué par une contrainte obtenue par extrapolation d'une ligne de la vitesse de partage (share speed) lorsqu'elle peut être presque constante à une base de temps de 0 seconde, et

(4) la viscosité 1 (η_1 :Pa·sec) est une valeur obtenue en divisant l'effort par une vitesse de partage (share speed) moyenne de 4 secondes obtenue en substituant une contrainte engendrée lorsque l'effort est appliqué pendant 4 secondes par une contrainte engendrée lorsque l'effort est appliqué.

Dans le cas où les lots de matière céramique sont passés à travers les voies d'alimentation de lots et les voies de déchargement de lots de la matrice d'extrusion, si une capacité d'écoulement des lots de matière céramique est mauvaise lorsque les lots de matière céramique sont alimentés depuis la voie d'alimentation de lots à la voie de déchargement de lots, une opération de compactage des lots de matière céramique n'est pas effectuée et donc les lots de matière céramique sont extrudés tels quels. Au contraire, si la capacité d'écoulement des lots de matière céramique est bonne, les lots de matière céramique sont déformés en une forme à rayures transversales immédiatement après que les lots de matière céramique sont fournis depuis la voie d'alimentation de lots à la voie de déchargement de lots, et une opération de compactage des lots de matière céramique est effectuée complètement en même temps. Dans ce cas, comme la période pendant laquelle un effort est appliqué aux parties compactées est prolongée, la résistance de compactage est améliorée. Cependant, si la capacité d'écoulement des lots de matière céramique est améliorée seule de façon à améliorer une résistance de

compactage, il y a la possibilité que des corps structu-
rels soient, après l'opération d'extrusion, déformés par
leur poids et soient aisément déformés dans les étapes
suivantes par un effort appliqué sur eux, comme des
5 vibrations engendrées pendant les étapes suivantes. Dans
la présente invention, les lots de matière céramique
ayant une bonne aptitude de conservation de forme et une
bonne capacité d'écoulement, lesquelles sont des pro-
priétés mutuellement contraires, peuvent être obtenus en
10 contrôlant des rapports différents de paramètres à un
niveau plus bas qu'un niveau prédéterminé.

C'est-à-dire que la capacité d'expansion des
lots de matière céramique dans le cas de leur alimenta-
tion depuis les voies d'alimentation de lots jusqu'aux
15 voies de déchargement de lots et la résistance à la
déformation due à un effort appliqué sur eux sont
déterminées par le fait qu'une contrainte due à l'effort
appliqué est aisément engendrée ou non et que la con-
trainte engendrée est relaxée (déformation élastique) ou
20 non (déformation plastique) après que l'opération
d'application d'effort est terminée. De plus, si l'ef-
fort appliqué subsiste de plus en plus sous la forme
d'une contrainte dans les lots de matière céramique,
c'est-à-dire si la viscosité des lots de matière cérami-
25 que est de plus en plus basse, la capacité d'expansion
des lots de matière céramique mentionnée ci-dessus est
meilleure et donc une capacité de compactage des lots de
matière céramique devient meilleure. De plus, si la
vitesse de relaxation de la contrainte est de plus en
30 plus grande, c'est-à-dire si l'élasticité des lots de
matière céramique devient de plus en plus petite, la
contrainte relaxée devient plus grande et donc la
capacité de compactage des lots de matière céramique est
abaissée.

35 Par conséquent, en vue d'améliorer la
résistance de compactage, il est nécessaire de diminuer

la viscosité des lots de matière céramique et d'augmenter l'élasticité des lots de matière céramique. Dans ce cas, comme une déformation plastique se produit à η_0 , il est nécessaire de diminuer la valeur de η_0/G_0 en dessous
5 d'une valeur prédéterminée. De plus, en vue de diminuer le niveau de la déformation plastique dans une déformation totale dans le cas d'alimentation des lots de matière céramique aux voies d'alimentation de lots ou
10 aux voies de déchargement de lots, il est meilleur d'amener rapidement les lots de matière céramique à un état de déformation plastique et donc il est aussi nécessaire d'abaisser la valeur de η_1/G_1 en dessous d'une valeur prédéterminée.

Au contraire, la résistance des lots de
15 matière céramique à une déformation due à un effort appliqué sur eux après l'opération d'extrusion (= aptitude de conservation de forme) devient plus grande si l'effort appliqué sur eux ne subsiste pas de plus en plus sous la forme d'une contrainte dans les lots de
20 matière céramique, c'est-à-dire si la viscosité des lots de matière céramique est de plus en plus élevée, et elle devient également plus grande si une contrainte n'est pas de plus en plus engendrée, c'est-à-dire si l'élasticité des lots de matière céramique est de plus en plus
25 élevée. Par conséquent, comme il est supposé qu'un effort appliqué sur eux après l'opération d'extrusion est plus bas que celui pendant l'opération d'extrusion, il est nécessaire de déterminer une valeur de η_0/G_0 des lots de matière céramique avant l'opération d'extrusion
30 de telle manière que les valeurs de η_0 et G_0 des lots de matière céramique après l'opération d'extrusion deviennent supérieures à un niveau prédéterminé.

En ce qui concerne l'aptitude de conservation de forme après l'opération d'extrusion, comme la
35 viscosité et l'élasticité des lots de matière céramique après l'opération d'extrusion montrent une tendance à

décroître, en comparaison de celles des lots de matière
céramique avant l'opération d'extrusion, si un effort
est appliqué pendant l'opération d'extrusion, la viscosité
et l'élasticité des lots de matière céramique sont
5 définies par des paramètres tels que η_0 , η_1 , G_0 , G_1 . Dans
ce cas, les paramètres de la viscosité et de l'élasticité
nécessaires pour maintenir l'aptitude de conservation
de forme sont décrits par exemple par $\eta_0=1,0 \times 10^7$,
 $\eta_1=3,0 \times 10^6$, $G_0=1,0 \times 10^5$, $G_1=1,0 \times 10^5$. De plus, dans ce
10 cas, si les valeurs de η_0/G_0 et η_1/G_1 des lots de matière
céramique sont dans le cadre de l'invention, on peut
obtenir une résistance de compactage suffisante et donc
une aptitude de conservation de forme et la capacité de
compactage des lots de matière céramique sont équilibrées.
15

De plus, ces paramètres peuvent être appliqués à des solutions aqueuses de liant. Dans une solution
aqueuse à 10 % de liant ayant un degré de polymérisation de 4.000, ces paramètres sont décrits, dans des
20 conditions de température de mesure de 20°C et d'effort
de 20 Pa, par $\eta_0=3,9 \times 10^4$ Pas, $\eta_1=4,2 \times 10^3$ Pas,
 $G_0=2,5 \times 10^3$ Pa, $G_1=5,3 \times 10^2$ Pa. Dans une solution
aqueuse à 10 % de liant présentant un degré de polymérisation
de 100.000, ces paramètres sont décrits, dans les
25 mêmes conditions que celles mentionnées ci-dessus, par
 $\eta_0=5,0 \times 10^5$ Pas, $\eta_1=4,0 \times 10^4$ Pas, $G_0=6,7 \times 10^3$ Pa,
 $G_1=4,0 \times 10^3$ Pa. Dans les cas mentionnés ci-dessus, il
est nécessaire d'améliorer la capacité d'écoulement des
lots de matière céramique de façon à améliorer la
30 résistance de compactage des lots de matière céramique.
Cependant, comme l'adhésivité du lot de matière céramique
est modifiée par différents facteurs tels que les
matières premières, l'eau, les substituants du liant et
son degré de substitution et son degré de polymérisation,
35 et les agents tensioactifs, il est possible
d'améliorer la résistance de compactage d'un certain

degré en optimisant les différents facteurs mentionnés ci-dessus. La présente invention obtient une amélioration de la résistance de compactage par la détermination des meilleures gammes de η_0/G_0 et η_1/G_1 .

5 La figure 1 est un graphique représentant une relation entre le temps et la contrainte lorsqu'un effort constant de 2000 Pa est appliqué à 20°C sur un lot de matière céramique suivant l'invention.

10 La figure 2 est une vue schématique illustrant un essai de flexion en trois points sur un corps structurel en nid d'abeilles.

La figure 1 est un graphique montrant une relation entre le temps et la contrainte lorsqu'un effort constant de 2000 Pa est appliqué à 20°C sur un lot de matière céramique suivant l'invention. Ci-après, les différents paramètres utilisés pour définir des lots de matière céramique suivant l'invention vont être expliqués. Dans ce cas, les paramètres respectifs η_0 , η_1 , G_0 , G_1 sont supposés être presque constants jusqu'à un effort appliqué d'environ 4000 Pa, et les valeurs de η_0/G_0 et η_1/G_1 sont supposées être presque constantes jusqu'à un effort appliqué d'environ 6000 Pa, même si les paramètres sont modifiés. De plus, la limite inférieure de l'effort appliqué est déterminée par une décomposition de contrainte de l'appareil à utiliser.

25 Suivant la figure 1, il est supposé que l'élasticité 0 (G_0 :Pa) est une valeur obtenue en divisant l'effort par une contrainte engendrée lorsque l'effort est appliqué, la viscosité η_0 (η_0 :Pa·sec) est une valeur obtenue en divisant l'effort par la valeur de la variation de la contrainte par rapport au temps (dénommée ci-après en abrégé vitesse de partage (share speed)) lorsqu'elle peut être presque constante après la poursuite de l'application de l'effort, l'élasticité 1 (G_1 :Pa) est une valeur obtenue en divisant l'effort par une contrainte qui est obtenue en substituant la

contrainte engendrée lorsque l'effort est appliqué par une contrainte obtenue par extrapolation d'une ligne de la vitesse de partage (share speed) lorsqu'elle peut être presque constante à une base de temps de 0 seconde, et la viscosité 1 (η_1 :Pa·sec) est une valeur obtenue en divisant l'effort par une vitesse de partage (share speed) moyenne de 4 secondes obtenue en substituant la contrainte engendrée lorsque l'effort est appliqué pendant 4 secondes par une contrainte engendrée lorsque l'effort est appliqué. De plus, les lots de matière céramique pour des corps structurels céramiques suivant l'invention satisfont aux relations $\eta_0/G_0 \leq 105$ (sec) et $\eta_1/G_1 \leq 70$ (sec). De plus, il est préférable d'utiliser des lots de matière céramique ayant des propriétés telles que les coefficients thermiques de viscosité 0, de viscosité 1, d'élasticité 0 et d'élasticité 1 ne soient pas supérieurs à 3,0 %/°C de 10°C à 30°C.

Ci-après, une forme de réalisation réelle va être expliquée en détail.

20

Exemple

Tout d'abord, des lots de matière céramique présentant les compositions illustrées sur la figure 1 sont pétris dans des conditions de pétrissage indiquées dans le Tableau 1, pour préparer les lots de matière céramique des échantillons numéro 1-1 à 4-3. Dans le Tableau 1, les matières premières de cordiélite et les agents actifs des séries d'échantillons n° 1 et des séries n° 2 sont différents de ceux des séries d'échantillons n° 3 et des séries n° 4.

Tableau 1

Echantillon n°	Matière première de cordièrite (parties en poids)	Liant (parties en poids)	Agent tensioactif (parties en poids)	Eau (parties en poids)	Nombre de révolutions du pétrisseur (tours par minute)	Temps de pétrissage (minutes)
1-1	100	4	1	35	15	10
1-2		(degré de poly- mérisation 4.000)				30
1-3						50
2-1	100	4	1	35	50	5
2-2		(degré de poly- mérisation 4.000)				10
2-3						15
3-1	100	4	1	35	15	10
3-2		(degré de poly- mérisation 100.000)				30
3-3						50
4-1	100	4	1	35	50	5
4-2		(degré de poly- mérisation 100.000)				10
4-3						15

Ensuite, des essais de fluage concernant les lots de matière céramique des échantillons n° 1-1 à 4-3 sont effectués dans des conditions de charge de 200 Pa à 20°C et à une épaisseur d'échantillon de 3-5 mm, en utilisant un appareil de mesure RS100 réalisé par Haake, Allemagne, ayant une plaque parallèle de 15 ϕ , pour obtenir des paramètres de η_0 , η_1 , G_0 , G_1 et calculer des valeurs de η_0/G_0 et η_1/G_1 à partir des paramètres mentionnés ci-dessus. Ensuite, les lots de matière céramique préparés sont extrudés en des corps structurels en nid d'abeilles par l'utilisation d'une même matrice et à une même vitesse d'extrusion. De plus, les résistances de compactage et les aptitudes de conservation de forme des corps structurels en nid d'abeilles sont estimées et leurs évaluations globales sont aussi réalisées. La structure de la matrice réalisée ici est telle que le rapport de la section transversale d'un trou d'alimentation/section transversale des canaux de formage, auxquels les lots de matière céramique sont alimentés par un trou d'alimentation, est de 1,33 et que le rapport de la profondeur des canaux de formage/largeur des canaux de formage est de 12,50.

Comme la résistance de compactage du corps structurel en nid d'abeilles ainsi obtenu est proportionnelle à la résistance à la flexion à trois points par rapport à un corps structurel en nid d'abeilles fritté, la résistance de compactage est estimée par la résistance à la flexion en trois points obtenue par l'essai effectué suivant une direction verticale à la direction d'écoulement de lot du corps structurel en nid d'abeilles fritté (figure 2a) et par l'essai effectué dans la direction d'écoulement du lot (figure 2b) de telle manière qu'une valeur élevée est \odot , une valeur moyenne est \circ et une valeur basse est Δ . De plus, l'aptitude de conservation de forme est estimée par la quantité de variation du corps structurel en nid d'abeilles obtenu par extrusion d'un corps structurel

en nid d'abeilles ayant une épaisseur de paroi de
150 μm , une densité cellulaire de 400 cellules/25,4 mm^2
(pouce²) et un diamètre de 105 mm, et par application
5 d'une charge au centre du corps structurel en nid
d'abeilles ainsi extrudé, pendant une période de temps
prédéterminée. L'aptitude de conservation de forme ainsi
obtenue est décrite de telle manière qu'une valeur
élevée est \odot , une valeur moyenne est η , une valeur basse
est Δ , et une valeur mauvaise est X. De plus, l'évalua-
10 tion globale est décrite de telle manière que l'échan-
tillon montrant O ou \odot à la fois dans la résistance de
compactage et l'aptitude de conservation de forme est
 \odot , l'échantillon montrant Δ dans la résistance de
compactage ou l'aptitude de conservation de forme est
15 O, l'échantillon montrant Δ à la fois dans la résistance
de compactage et l'aptitude de conservation de forme est
 Δ , et l'échantillon dans lequel une estimation caracté-
ristique n'a pas été effectuée est X. Les résultats sont
illustrés dans le Tableau 2.

Tableau 2

Echantillon n°	Résistance de compactage	Aptitude de conservation de forme	η_0 (Pas)	η_1 (Pas)	G_0 (Pa)	G_1 (Pa)	η_0 G_0	η_1 G_1	Evaluation
1-1	Surface rugueuse du produit d'extrusion	O	$1,1 \times 10^9$	$8,4 \times 10^7$	$7,1 \times 10^5$	$8,7 \times 10^5$	155	97	x
1-2			$4,4 \times 10^9$	$2,5 \times 10^7$	$3,2 \times 10^6$	$3,4 \times 10^5$	138	74	Δ
1-3									
2-1	Surface rugueuse du produit d'extrusion	O	$3,2 \times 10^9$	$1,9 \times 10^8$	$8,3 \times 10^6$	$1,3 \times 10^6$	386	146	x
2-2			$9,1 \times 10^8$	$3,9 \times 10^7$	$2,9 \times 10^6$	$4,3 \times 10^5$	314	91	Δ
2-3			$1,3 \times 10^7$	$8,6 \times 10^6$	$1,2 \times 10^5$	$1,2 \times 10^5$	108	72	O
3-1	O	O	$3,2 \times 10^9$	$9,9 \times 10^7$	$4,5 \times 10^7$	$8,2 \times 10^6$	71	12	\odot
3-2			$4,4 \times 10^8$	$3,0 \times 10^7$	$1,1 \times 10^7$	$4,7 \times 10^6$	40	6	\odot
3-3			$8,2 \times 10^7$	$3,2 \times 10^6$	$3,5 \times 10^6$	$6,0 \times 10^5$	23	5	\odot
4-1	O	O	$4,2 \times 10^8$	$3,2 \times 10^7$	$7,0 \times 10^6$	$8,0 \times 10^5$	60	40	\odot
4-2			$4,8 \times 10^7$	$9,9 \times 10^6$	$4,5 \times 10^6$	$2,8 \times 10^5$	11	35	\odot
4-3			$4,6 \times 10^7$	$2,2 \times 10^6$	$4,5 \times 10^6$	$1,1 \times 10^5$	10	20	O

A partir des résultats ci-dessus illustrés sur le Tableau 2, on peut comprendre que les échantillons satisfaisants $\eta_0/G_0 \leq 105$ et $\eta_1/G_1 \leq 70$ montrent une bonne résistance de compactage et une bonne aptitude de conservation de forme, mais que les échantillons, dans
5 lesquels un des rapports η_0/G_0 et η_1/G_1 ne satisfait pas les conditions ci-dessus, ne montrent pas un résultat suffisant pour la résistance de compactage ou l'aptitude de conservation de forme.

10 Dans la forme de réalisation mentionnée ci-dessus, la structure de la matrice est telle que le rapport de la section transversale d'un trou d'alimentation/section transversale des canaux de formage, auxquels les lots de matière céramique sont alimentés par un trou
15 d'alimentation, est de 1,33 et que le rapport de la profondeur des canaux de formage/largeur des canaux de formage est de 12,50, des régions appropriées de la viscosité et de l'élasticité des lots de matière céramique étant modifiées si les paramètres de la
20 matrice sont modifiés. Par exemple, dans le cas où la largeur des canaux de formage est mince, il est meilleur de minimiser les valeurs de η_0/G_0 et η_1/G_1 . Par conséquent, si les paramètres de la matrice seule sont rendus plus grands en vue d'augmenter la résistance de compac-
25 tage des lots de matière céramique, la vitesse d'extrusion des lots est grandement dépendante de l'effort d'extrusion des lots. Dans ce cas, la vitesse d'extrusion des lots est largement modifiée en réponse à une petite variation de l'effort d'extrusion des lots ou à
30 une variation de la rugosité de surface de la matrice, et il est difficile d'effectuer une opération d'extrusion. En vue de diminuer la dépendance mentionnée ci-dessus, si l'effort d'extrusion des lots est amoindri, la vitesse d'extrusion de lot est également diminuée,
35 c'est-à-dire que l'efficacité de l'opération de fabrication est abaissée. En vue de diminuer la dépendance mentionnée ci-dessus, si la viscosité et l'élasticité

des lots de matière céramique sont abaissées, l'aptitude de la conservation de forme est détériorée. Au contraire, si les paramètres de la matrice sont abaissés à l'extrême, la vitesse d'extrusion de lot ne dépend pas
5 de l'effort d'extrusion des lots, mais il n'est pas approprié d'extruder les lots de matière céramique tels quels alors que l'opération de compactage des lots de matière céramique n'est pas effectuée de manière suffisante. De plus, en ce qui concerne la structure de
10 matrice à utiliser, les trous d'alimentation peuvent être formés à tous les points transversaux des canaux de formage ou en des points transversaux alternés. De plus, la matrice peut être revêtue par un procédé de placage ou un procédé CVD, etc., et la construction de
15 la cellule peut être triangulaire, carrée, hexagonale. Dans ce cas, les propriétés des lots peuvent être ajustées d'une manière correspondant à la matrice.

De plus, la résistance de compactage du corps structurel en nid d'abeilles est proportionnelle
20 à la résistance de flexion en trois points du corps structurel en nid d'abeilles fritté dans certaines régions, mais dans d'autres régions il n'est pas en corrélation. Par exemple, des résistances à la flexion en trois points moyennes des lots de matière céramique,
25 satisfaisant $\eta_0/G_0 \leq 105$ et $\eta_1/G_1 \leq 70$, sont mesurées dans les conditions de dimension du spécimen de 10 x 10 x 50 mm et à une vitesse de descente de tête de 2 mm/minute, et les résultats sont indiqués dans le Tableau 3. Il faut noter qu'un point de rupture de la pièce d'essai est une
30 partie transversale des cellules en dessous d'une plaque de support utilisée pour fournir une charge, une rupture en un point intermédiaire de la cellule entre les parties transversales n'étant pas détectée. Dans ce cas, la plaque de support a une dimension de 50 mm de long
35 et une largeur correspondant à deux cellules. De plus, la résistance à la flexion en trois points est modifiée d'une manière correspondant aux tableaux de frittage des

lots de matière céramique et aux propriétés de matière des lots de matière céramique. Dans cette mesure mentionnée ci-dessus, la résistance à la flexion en trois points est une moyenne des données des corps frittés obtenus par l'utilisation des lots de matière céramique dans lesquels, si les lots de matière céramique sont frittés, le corps fritté a une porosité de 43 %, et par frittage des lots de matière céramique mentionnés ci-dessus dans le programme de frittage qui montre une très faible résistance à la flexion en trois points. De plus, les pièces d'essai qui ne satisfont pas $\eta_0 G_0 \leq 105$ et $\eta_1 / G_1 \leq 70$ montrent des valeurs extrêmement faibles en comparaison des pièces d'essai suivant l'invention.

Tableau 3

Epaisseur de paroi (μm)	Densité (cellule/ $25,4\text{mm}^2$)	Résistance à la flexion (kg/cm^2) dans le sens de la flèche de la Fig. 2(a)	Résistance à la flexion (kg/cm^2) dans le sens de la flèche de la Fig. 2(b)
102	600	1,6	3,1
142	400	2,5	4,3
153	400	3,7	5,4
305	300	6,0	7,8

De plus, dans la présente invention, un procédé de fabrication de lots de matière céramique peut être un procédé par lots effectuant de manière séparée une opération de mélange de lots de matière céramique, une opération de pétrissage et une opération d'extrusion, ou un procédé continu effectuant de manière continue les étapes précitées. De plus, dans les deux procédés mentionnés ci-dessus, l'appareil peut être du

type à vis unique ou du type à vis multiple. De plus, la température d'extrusion n'est pas limitée si c'est possible pour extruder les lots de matière céramique. Dans ce cas, si un degré de séchage des solvants et un

5 degré de gélification, un degré de ramollissement et un degré de durcissage du liant sont modifiés, il est uniquement nécessaire de mettre la caractéristique du lot de matière céramique à cette température dans le cadre de l'invention.

10 De plus, dans les formes de réalisation mentionnées ci-dessus, les paramètres de la viscosité et de l'élasticité des lots de matière céramique sont mesurés en tant que paramètres dans la mesure de fluage, mais il est possible de les obtenir comme paramètres

15 dans la mesure d'oscillation. Par exemple, les lots de matière céramique ayant $\eta_0 = 2,2 \times 10^8 \sim 8,4 \times 10^8$ (Pa·sec), $\eta_1 = 1,5 \times 10^7 \sim 6,5 \times 10^7$ (Pa·sec), $G_0 = 5,4 \times 10^6 \sim 2,4 \times 10^7$ (Pa), $G_1 = 1,3 \times 10^6 \sim 7,2 \times 10^6$ (Pa), $\eta_0/G_0 = 8 \sim 64$ (sec), $\eta_1/G_1 = 4 \sim 17$ (sec) dans la

20 mesure de fluage sont mesurés de la manière suivante par un balayage de fréquence et un balayage de contrainte dans la mesure d'oscillation.

(1) Balayage de fréquence

(a) ω (vitesse angulaire) = 0,1 (rad/s)

25 $G' = 9,0 \times 10^5 \sim 3,4 \times 10^6$ (Pa),

$G'' = 4,8 \times 10^5 \sim 1,9 \times 10^6$ (Pa),

$G^* = 1,0 \times 10^6 \sim 3,9 \times 10^6$ (Pa), $\tan\delta = 0,54 \sim 0,63$

(b) $\omega = 100$ (rad/s)

$G' = 2,2 \times 10^6 \sim 7,1 \times 10^6$ (Pa),

30 $G'' = 6,2 \times 10^5 \sim 1,3 \times 10^6$ (Pa),

$G^* = 1,5 \times 10^6 \sim 7,2 \times 10^6$ (Pa), $\tan\delta = 0,19 \sim 0,29$

(b)/(a)

$G' = 1,60 \sim 2,43$, $G'' = 0,69 \sim 1,28$,

$G^* = 1,00 \sim 2,21$, $\tan\delta = 0,33 \sim 0,54$

(2) Balayage de contrainte

(a) γ (contrainte) = 0,01 (%)

$$G' = 2,4 \times 10^6 \sim 7,0 \times 10^6 \text{ (Pa)},$$

$$G'' = 5,6 \times 10^5 \sim 1,4 \times 10^6 \text{ (Pa)},$$

$$5 \quad G^* = 2,4 \times 10^6 \sim 7,1 \times 10^6 \text{ (Pa)}, \quad \tan\delta = 0,16 \sim 0,29$$

(b) $\gamma = 10$ (%)

$$G' = 9,9 \times 10^4 \sim 1,6 \times 10^5 \text{ (Pa)},$$

$$G'' = 5,7 \times 10^4 \sim 9,4 \times 10^4 \text{ (Pa)},$$

$$G^* = 1,3 \times 10^5 \sim 1,8 \times 10^5 \text{ (Pa)}, \quad \tan\delta = 0,42 \sim 0,80$$

10 (b)/(a)

$$G' = 0,017 \sim 0,054, \quad G'' = 0,057 \sim 0,103,$$

$$G^* = 0,021 \sim 0,057, \quad \tan\delta = 1,45 \sim 5,19$$

Dans la mesure d'oscillation, on fait usage de RDA-II réalisé par Reometric Co., Ltd., USA dans les conditions mentionnées ci-dessus.

15 Température de mesure : 23°C

Construction du rotor : plaque parallèle $\varnothing 25$,

$$2\pi \text{ radian} = 1 \text{ Hz},$$

Epaisseur d'échantillon : 3 ~ 5 mm

20 Condition de balayage :

balayage de fréquence : $\gamma = 0,05$ %balayage de contrainte : $\omega = 6,28$ rad/seconde.

A partir des résultats mentionnés ci-dessus, on suppose que les rapports de η_0/G_0 et η_1/G_1 dans la mesure de fluage sont sensiblement égaux à $\tan \delta$ dans la mesure d'oscillation. De plus, du point de vue de la capacité d'écoulement et de l'aptitude de conservation de forme, il est supposé que le rapport de (b)/(a) dans le balayage de contrainte mentionné ci-dessus concerne un degré d'écoulement de lot et un degré de conservation de lot. De plus, dans la mesure d'oscillation, G' est une élasticité d'entreposage montrant une propriété résistante par rapport à la déformation due à l'élasticité, et elle est décrite par $G' = G^* \cdot \cos\delta$. De plus, G'' est une basse élasticité montrant une propriété résistante par rapport à la déformation due à la viscosité,

et elle est décrite par $G''=G^* \cdot \sin\delta$. De plus, G^* est une élasticité complexe montrant une propriété résistante totale par rapport à la déformation due à la viscosité et à l'élasticité, et elle est décrite par $G^*=\tau_0/\gamma_0$. Ici, 5 il est supposé que γ_0 est une contrainte appliquée, τ_0 est un effort engendré et $\tan\delta$ est une tangente de perte diélectrique obtenue de G''/G' .

Comme mentionné ci-dessus, suivant l'invention, puisque la capacité d'écoulement des lots de 10 matière céramique est contrôlée par la viscosité et l'élasticité dans une mesure de fluage, sans contrôle de la structure de matrice, il est possible de réaliser des lots de matière céramique qui peuvent améliorer la résistance de compactage en augmentant une propriété 15 plastique des lots de matière céramique dans la matrice, qui peut améliorer l'aptitude de conservation des lots de matière céramique en augmentant la résistance par rapport à l'effort appliqué en diminuant la formation de crevasses à la surface externe et la formation de 20 déformations des cellules engendrées dans l'opération d'extrusion, et qui peuvent éliminer une rupture en une partie de compactage pendant un frittage et qui peuvent améliorer les propriétés de manipulation des lots de matière céramique.

REVENDICATIONS

1. Lot de matière céramique utilisé comme matière première pour l'extrusion d'un corps structural céramique, comprenant, lorsqu'une variation de
5 contrainte par rapport au temps est mesurée si un effort constant est appliqué sur lui à une température d'extrusion, une propriété telle que

$$\eta_0/G_0 \leq 105 \text{ (sec)}, \text{ et}$$

$$\eta_1/G_1 \leq 70 \text{ (sec)},$$

10 où

- (1) l'élasticité 0 (G_0 :Pa) est une valeur obtenue en divisant l'effort par une contrainte engendrée lorsque l'effort est appliqué,
- (2) la viscosité 0 (η_0 :Pa·sec) est une valeur obtenue en
15 divisant l'effort par la valeur d'une modification de la contrainte par rapport au temps (dénommée ci-après en abrégé vitesse de partage (share speed)), lorsqu'elle peut être presque constante après la poursuite de l'application de l'effort,
- (3) l'élasticité 1 (G_1 :Pa) est une valeur obtenue en
20 divisant l'effort par une contrainte qui est obtenue en substituant la contrainte engendrée lorsque l'effort est appliqué par une contrainte obtenue par extrapolation d'une ligne de la vitesse
25 de partage (share speed) lorsqu'elle peut être presque constante à une base de temps de 0 seconde, et
- (4) la viscosité 1 (η_1 :Pa·sec) est une valeur obtenue en
30 divisant l'effort par une vitesse de partage (share speed) moyenne de 4 secondes obtenue par substitution d'une contrainte engendrée lorsque l'effort est appliqué pendant 4 secondes par une contrainte engendrée lorsque l'effort est appliqué.

35 2. Lot de matière céramique suivant la revendication 1, dans lequel la viscosité 0, la visco-

- 21 -

sité 1, l'élasticité 0 et l'élasticité 1 sont mesurées par un essai de fluage.

3. Lot de matière céramique suivant la revendication 1, caractérisé en ce que les rapports η_0/G_0 et η_1/G_1 sont convertis en une valeur de $\tan\delta$ mesurée par un essai d'oscillation.

FIG. 1

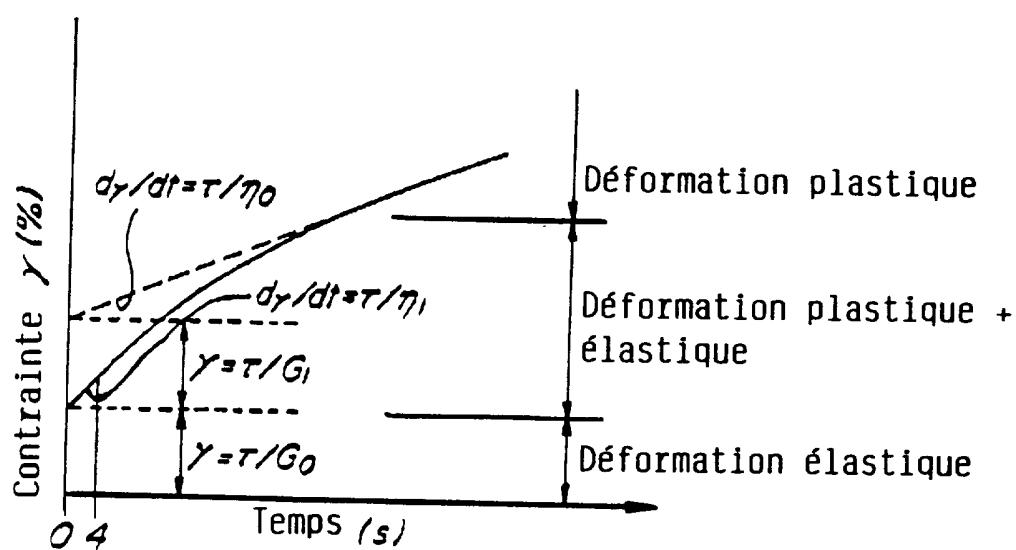


FIG. 2a

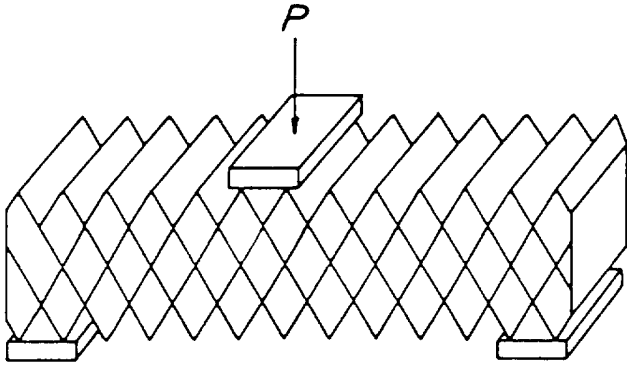
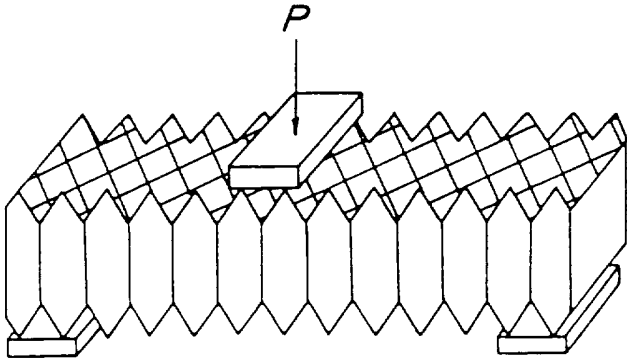


FIG. 2b





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BO 5052
BE 9400319

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
A,P	CERAMIC ENGINEERING AND SCIENCE PROCEEDINGS, vol. 15, no. 1, Janvier 1994, WESTERVILLE , OH , US, pages 393-403, XP000425580 L. P. KARPILOVSKIY: "A SIMPLE APPROACH TO TECHNOLOGICAL CONTROL OF CLAY-CONTAINING CERAMIC BODIES " * le document en entier * ---	1	B28B17/02
A	SPRECHSAAL, vol. 123, no. 10, Octobre 1990, COBURG , DE, pages 1023-1025, XP000165336 G. WINTERSTEIN: "DAS STEIFPLASTISCHE STRANGPRESSEN VON KERAMIK - EINE EFFEKTIVE FORMGEBUNGSTECHNOLOGIE" * le document en entier * ---	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
A	FR-A-2 236 625 (NGK SPARK PLUG CO. , LTD.) * le document en entier * ---	1	
A	EP-A-0 165 651 (CORNING GLASS WORKS) * le document en entier * -----	1	C04B B28B B29C
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
24 Avril 1996		Gourier, P	
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

2

EPO FORM 1501 03.82 (P04C48)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

B0 5052
BE 9400319

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

24-04-1996

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR-A-2236625	07-02-75	JP-A- 50029613	25-03-75
		DE-A- 2433438	06-02-75
		GB-A- 1478057	29-06-77

EP-A-165651	27-12-85	US-A- 4551295	05-11-85
		AT-T- 110616	15-09-94
		AU-B- 565606	24-09-87
		AU-B- 4140085	31-10-85
		CA-A- 1260234	26-09-89
		DE-D- 3587916	06-10-94
		DE-T- 3587916	27-04-95
		JP-B- 6035126	11-05-94
		JP-A- 60239207	28-11-85
