[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
B28B 11/02 (2006.01)
C04B 33/30 (2006.01)
B01D 39/20 (2006.01)
F01N 3/02 (2006.01)

[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03801051.8

[45] 授权公告日 2007 年 3 月 28 日

[11] 授权公告号 CN 1307030C

[22] 申请日 2003.5.19 [21] 申请号 03801051.8
[30] 优先权
[32] 2002.5.20 [33] JP [31] 144147/2002
[86] 国际申请 PCT/JP2003/006201 2003.5.19
[87] 国际公布 WO2003/097314 日 2003.11.27
[85] 进入国家阶段日期 2004.3.15
[73] 专利权人 日本碍子株式会社
地址 日本爱知县
[72] 发明人 加藤茂树 宫本满
[56] 参考文献
JP2001-130970A 2001.5.15
US20020020944A 2002.2.21
JP2000-280222A 2000.10.10
审查员 何华冬

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 胡 强 郑建晖

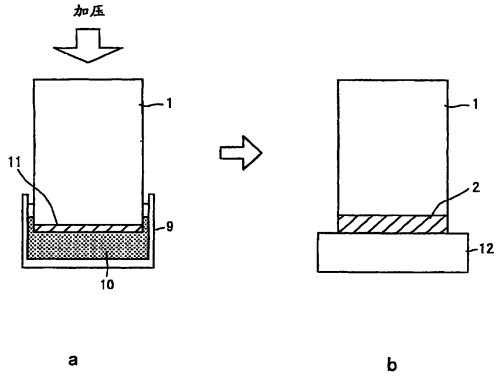
权利要求书 1 页 说明书 9 页 附图 4 页

[54] 发明名称

蜂窝夹层结构体的制造方法

[57] 摘要

本发明是一种蜂窝夹层结构体的制造方法，在具有多个单元的陶瓷蜂窝夹层结构体的端面上，于一部分的单元上作出遮蔽(11)，将作出该遮蔽(11)后的端面浸渍在含有至少陶瓷粉末的浆液(10)中，由此将浆液(10)压入剩余部分的单元中并形成单元密封部(2)，对单元密封部(2)进行干燥，得到剩余部分的单元被单元密封的蜂窝夹层结构体(1)，其特征在于：通过热传导机构(12)对单元密封部(2)进行干燥。



1.一种蜂窝夹层结构体的制造方法，在具有成为流体的流路的多个单元的陶瓷蜂窝夹层结构体的端面上遮蔽一部分单元，将前述陶瓷蜂窝夹层结构体的已遮蔽的端面浸渍在含有至少陶瓷粉末、分散介质、结合剂的浆液中，由此将前述浆液压入剩余部分的单元中并形成单元密封部，通过对前述单元密封部进行干燥，而得到前述剩余部分的单元被单元密封后的蜂窝夹层结构体，其特征在于：

通过电热板对前述单元密封部进行干燥。

2.如权利要求1所述的蜂窝夹层结构体的制造方法，前述遮蔽的厚度为0.03～0.5mm。

3.如权利要求1或2所述的蜂窝夹层结构体的制造方法，前述浆液中所含有的结合剂是热胶凝硬化性的结合剂。

4.如权利要求1或2所述的蜂窝夹层结构体的制造方法，前述浆液的粘度为50～500dPa·s。

蜂窝夹层结构体的制造方法

技术领域

本发明涉及蜂窝夹层结构体的制造方法，所述蜂窝夹层结构体适用于作为例如集尘用的过滤器，且多个单元中的一部分单元被单元密封。

背景技术

近年来，在以化学、电力、钢铁、工业废弃物处理为首的各个领域中，作为在防止公害等的环境对策、从高温气体回收制品等的用途中使用的集尘用的过滤器，使用耐热性、耐腐蚀性优良的陶瓷蜂窝夹层结构体。例如，作为捕集从柴油发动机排出的微粒的柴油机微粒过滤器（DPF）等的在高温、腐蚀性气体气氛下使用的集尘用过滤器，优选地使用陶瓷蜂窝夹层结构体（以下，有时也简称为‘蜂窝夹层结构体’）。

作为上述那样的集尘用过滤器而使用的蜂窝夹层结构体，要求其构造压力损失低，且能够得到高的捕集效率。于是，利用在多个单元中的一部分单元被单元密封的蜂窝夹层结构体。例如，如图 2 所示，在蜂窝夹层结构体的多个单元 23 的入口侧端面 B 与出口侧端面 C 相互不同地通过单元密封部 22 而被单元密封的构造的蜂窝夹层结构体 21 中，如果使被处理气体 G1 从入口侧端面 B 导入到单元 23 中，则灰尘或颗粒在隔壁 24 中被捕捉，另一方面，透过多孔质的隔壁 24 并流入了邻接的单元 23 中的处理完毕气体 G2 从出口侧端面 C 被排出。

上述那样的蜂窝夹层结构体可通过下述方式制造：在具有成为流体的流路的多个单元的筒状陶瓷蜂窝夹层结构体的端面上遮蔽一部分的单元，将前述陶瓷蜂窝夹层结构体的已遮蔽的端面浸渍在含有陶瓷粉末、分散介质等的浆液中，由此将浆液压入剩余部分的单元中并形成单元密封部，对前述单元密封部进行干燥。在现有技术下，一般由利用了热风干燥炉的热风干燥来进行单元密封部的干燥。

可是，利用上述那样的制造方法制造的蜂窝夹层结构体具有在单元密封部上产生缺陷的问题。图 3 虽然是蜂窝夹层结构体 21 的入口侧端面 B 附近的示意放大剖视图，但产生了以下问题：在本来应如图 3（i）所

示那样形成的单元密封部 22 上，产生了如图 3（ii）所示的气孔缺陷 26，在严重时，甚至如图 3（iii）所示开出贯通单元密封部 22 的孔 27。

在产生气孔缺陷 26 时，有单元密封部 22 的可靠性降低的问题，此外，在开出贯通单元密封部 22 的孔 27 的情况下，在用作集尘用过滤器时，灰尘或微粒从该孔 27 泄漏，从而丧失作为过滤器的功能。因此，现有技术如图 3（Ⅳ）所示，通过将形成单元密封部 22 的陶瓷浆液有余量地压入单元 23 中，加深单元密封深度 d 来避免上述问题。可是，在加深单元密封深度 d 时，划分单元 22 的隔壁 24 的表面积、即、过滤面积减小，所以不优选。

发明内容

本发明鉴于上述现有技术的问题点而提出，其目的在于：提供一种蜂窝夹层结构体的制造方法，能够有效地防止在单元密封部上产生气孔缺陷、或开出贯通单元密封部的孔的问题。

本发明者为了解决上述问题而潜心研究的结果为：不是利用现有技术的热风干燥炉那样的热对流机构来对单元密封部进行干燥，而是利用热传导机构来对其进行干燥，这样能够达到上述目的，完成本发明。即，本发明提供以下的蜂窝夹层结构体的制造方法。

（1）一种蜂窝夹层结构体的制造方法，在具有成为流体的流路的多个单元的筒状陶瓷蜂窝夹层结构体的端面上遮蔽一部分的单元，将前述陶瓷蜂窝夹层结构体的已遮蔽的端面浸渍在含有至少陶瓷粉末、分散介质、结合剂的浆液中，由此将前述浆液压入剩余部分的单元中并形成单元密封部，对前述单元密封部进行干燥，得到前述剩余部分的单元被单元密封的蜂窝夹层结构体，其特征在于：通过热传导机构对前述单元密封部进行干燥。

（2）上述（1）所述的蜂窝夹层结构体的制造方法中，前述热传导机构是电热板。

（3）上述（1）或（2）所述的蜂窝夹层结构体的制造方法中，前述遮蔽的厚度为 0.03～0.5mm。

（4）上述（1）～（3）的任一项所述的蜂窝夹层结构体的制造方法中，前述浆液中所含有的结合剂是热胶凝硬化性的结合剂。

（5）上述（1）～（4）的任一项所述的蜂窝夹层结构体的制造方法中，前述浆液的粘度为 50～500dPa · s。

附图说明

图1（a）及图1（b）是表示本发明的蜂窝夹层结构体的制造方法的一实施方式的工序图，图1（a）是表示形成单元密封部的工序的示意图，图1（b）是表示对单元密封部进行干燥的工序的示意图。

图2是表示一般的蜂窝夹层结构体的构造的示意图。

图3是蜂窝夹层结构体的入口侧端面附近的示意放大剖视图。

图4是蜂窝夹层结构体的入口侧端面附近的示意放大剖视图。

具体实施方式

以下，一边参照附图一边具体地说明本发明的蜂窝夹层结构体的制造方法的实施方式。

本发明者在开发本发明的蜂窝夹层结构体的制造方法时，首先研究了在单元密封部上产生气孔缺陷、或开出贯通单元密封部的孔的原因。其结果，在如现有技术所述地利用热风干燥炉那样的热对流机构来进行单元密封部的干燥时，发现由于其干燥速度慢而在单元密封部上产生气孔缺陷或开出贯通单元密封部的孔。

具体地进行说明则是，在利用热风干燥炉那样的热对流机构来进行单元密封部的干燥时，因为其干燥速度比较慢，从单元密封部的外部侧（蜂窝夹层结构体的端面侧）开始缓慢地进行干燥（形成单元密封部的浆液中的水分的挥发），与之相伴，浆液中的水分在单元密封部中从内部侧缓慢地向外部侧（蜂窝夹层结构体的端面侧）移动。此时，浆液中的陶瓷粒子中的、与单元的内壁接触的粒子由于粘结效果而停止在该部分上，另一方面，与单元的内壁不接触的粒子与水分一起在单元密封部中从内部侧缓慢地向外部侧（蜂窝夹层结构体的端面侧）移动。由于该现象，导致在单元密封部上产生气孔缺陷或开出贯通单元密封部的孔。

如上所述，因为在单元密封部上产生气孔缺陷或开出贯通单元密封部的孔是由于干燥速度慢，所以为了防止这样的问题，只要加快干燥速度即可。

于是，在本发明中，不是利用现有技术的热风干燥炉那样的热对流机构来进行单元密封部的干燥，而是利用热传导机构来进行单元密封部的干燥。这样，因为干燥速度快，在单元密封部整体上立即进行干燥（形成单元密封部的浆液中的水分的挥发），所以不会产生浆液

中的水分在单元密封部中从内部侧缓慢地向外部侧（蜂窝夹层结构体的端面侧）移动的现象。因此，浆液中的与单元的内壁不接触的陶瓷粒子也不再会与水分一起在单元密封部中从内部侧缓慢地向外部侧（蜂窝夹层结构体的端面侧）移动，能够有效地防止在单元密封部上产生气孔缺陷、或开出贯通单元密封部的孔的问题。

此外，在本发明的制造方法中，因为不产生气孔缺陷等，能够将现有技术的 10mm 左右的加深到必要深度以上的单元密封深度减小到 1～5mm 左右。因此，划分单元的隔壁的表面积、即、过滤面积不会减小，能够有效地进行单元密封。

成为本发明的制造方法的对象的陶瓷蜂窝夹层结构体是具有成为流体的流路的多个单元的陶瓷蜂窝夹层结构体。只要是陶瓷，对其材质没有特别限制，列举有由堇青石构成的物质等。虽然对陶瓷蜂窝夹层结构体的制造方法没有特别的限定，但优选地使用以下方法等：使用具有所希望的单元形状、隔壁厚度、单元密度的压模，对调整到适当粘度的胶土进行挤压成形，并进行干燥。

在本发明的制造方法中，首先，在上述的陶瓷蜂窝夹层结构体（以下，有时简称为‘蜂窝夹层结构体’）的端面上将一部分单元遮蔽。

虽然遮蔽的方法没有特别的限定，但优选地使用以下方法等：将粘附性薄膜粘附在蜂窝夹层结构体的整个端面上，在该粘附性薄膜上部分地开孔。更具体的说，将粘附性薄膜粘附在蜂窝夹层结构体的整个端面上之后，利用激光仅在相当于要形成单元密封部的单元的部分上开孔。

遮蔽的厚度优选地在 0.03～0.5mm 的范围内。当遮蔽的厚度过厚时，单元密封部与热传导机构（例如，电热板等）的距离变大，有时在两者间产生空隙，所以传热速度变慢，易于产生气孔缺陷。另一方面，在遮蔽的厚度过薄时，因为遮蔽的强度降低，难于进行粘附到蜂窝夹层结构体端面上的作业，作业性降低。作为粘附性薄膜，优选地使用在由聚乙烯构成的薄膜的一方的表面上涂布了粘附剂后的薄膜。此时，粘附性薄膜只要在市售的薄膜中适当选择前述厚度范围的即可。也可以通过层叠并粘附多张市售的粘附性薄膜，将其控制成所希望的厚度。

接着，通过将上述蜂窝夹层结构体的已遮蔽的端面浸渍在含有至

少陶瓷粉末、分散介质及结合剂的浆液中，将浆液压入剩余部分的单元并形成单元密封部。

例如，在蜂窝夹层结构体的已遮蔽的端面朝下的状态下，一边施加适当的压力，一边将蜂窝夹层结构体推入装满浆液的压入容器中，由此将蜂窝夹层结构体的已遮蔽的端面浸渍在浆液中。

浆液能够通过混合至少陶瓷粉末、分散介质（例如水等）及结合剂来进行调制。进而，根据需要，也可加入反絮凝剂等的添加剂。虽然对陶瓷粉末的材质没有特别的限定，但优选地使用例如堇青石等。作为结合剂，虽然能够使用聚乙烯醇（以下，称为“PVA”）等的树脂，但更优选地使用具有通过加热而胶凝化的特性的热胶凝硬化性的结合剂。热胶凝硬化性的结合剂因为通过加热并胶凝化（硬化）来约束陶瓷粒子，所以能够仅使浆液中的水分挥发，而有效地防止气孔缺陷。作为热胶凝硬化性的结合剂，可优选地使用甲基纤维素。

此时，浆液的粘度优选地为 50～500dPa·s，更优选地为 50～200dPa·s。当浆液的粘度过低时，因为陶瓷粒子易于移动，从易于产生气孔缺陷这一点出发是不优选的。另一方面，当浆液的粘度过高时，与单元壁之间的流动阻力变大，单元壁附近与单元中央部的浆液的压入速度差变大。具体地说，与单元中央部相比，单元壁附近的单元密封深度变浅，从而蜂窝夹层结构体与单元密封材料的接触面积降低，从这一点出发是不理想的。浆液的粘度能够根据例如陶瓷粉末与分散介质（例如水等）的比率、或反絮凝剂的量等来进行调整。

最后，通过用热传导机构来对单元密封部进行干燥，得到剩余部分的单元被单元密封的蜂窝夹层结构体。

所谓“利用热传导机构”是指不是利用现有技术的热风干燥炉那样的热对流机构（即，通过热风等的热介质的流动来进行干燥）来进行干燥，而是使单元密封部直接与加热器等的热传导机构接触来进行干燥。作为热传导机构，可优选地使用例如电热板等。用热传导机构进行干燥，由此使干燥速度加快，单元密封部整体立即进行干燥（构成单元密封部的浆液中的水分的挥发），能够有效地防止在单元密封部上产生气孔缺陷、或开出贯通单元密封部的孔的问题。

如上所述，通过对单元密封部进行干燥，剩余部分的单元被单元密封后所得的蜂窝夹层结构体若是例如堇青石，则通常在 1430℃进行

5 小时左右的烧结而得到最终的制品。

以下，虽然根据实施例更加具体地说明本发明，但本发明并不受这些实施例的任何限制。

作为本实施例的蜂窝夹层结构体，使用由堇青石构成、外径 160mm Φ、长度 209mm 的圆筒状结构体。作为单元的构造，单元形状为四边形，隔壁厚度为 300μm，单元密度为 300 个/平方英寸。上述蜂窝夹层结构体由以下方法制造：使用具有上述单元形状、隔壁厚度、单元密度的压模，对调整到适当粘度的胶土进行挤压成形及干燥，将两端面切断并使之为光滑面。

首先，在上述蜂窝夹层结构体的端面上将一部分的单元遮蔽。作为遮蔽的方法，将粘附性薄膜粘附在蜂窝夹层结构体的整个端面上之后，利用激光仅在相当于要形成单元密封部的单元的部分上开孔。作为粘附性薄膜，使用了市售的粘附性薄膜（在聚乙烯薄膜的一方的表面上涂布了粘附剂的薄膜）。

通过将上述蜂窝夹层结构体的已遮蔽的端面浸渍在浆液中，将浆液压入剩余部分的单元中并形成了单元密封部。具体地说，如图 1（a）所示，以深度 5mm（该深度与单元密封深度对应）且液面平滑的方式将 50g 的浆液 10 装进压入容器 9 中，在该压入容器 9 中，将蜂窝夹层结构体 1 的形成了遮蔽 11 的端面以朝下的状态（相对于液面垂直设置），一边施加 2kg/cm^2 的压力，一边压入，从而将蜂窝夹层结构体 1 的形成了遮蔽 11 的端面浸渍在浆液 10 中。最后，通过对单元密封部进行干燥，得到蜂窝夹层结构体。在以下的实施例、比较例中，通过适当变更上述制造方法中的用于遮蔽的粘附性薄膜的厚度、浆液的粘度、干燥机构、干燥方法，来确认其影响。

（比较例 1）

作为遮蔽的方法，采用了使用粘附性薄膜的方法。粘附性薄膜的厚度为 0.05mm。作为用于单元密封的浆液，使用以下浆液：用表 1 所述的比率来混合作为陶瓷粉末的堇青石粉末、作为结合剂的热胶凝硬化性的结合剂的甲基纤维素、作为反絮凝剂的特殊羧酸型高分子表面活性剂（商品名：Poise530、花王公司制），加水作为分散介质，混合 30 分钟，来进行调制所得。其浆液粘度为 90dPa · s。使用热风干燥炉作为干燥机构，在设定温度 250℃下干燥 5 分钟。

表1

	用于遮蔽的粘附性薄膜的厚度 (mm)	浆液混合比 堇青石 (质量份)	结合剂	(质量份)	反絮凝剂 (质量份)	浆液粘度 (dPa·s)	干燥机构	干燥后的状态
比较例1	0.05	100	甲基纤维素	0.3	0.4	90	热风干燥炉	D－x
实施例1	0.05	100	甲基纤维素	0.3	0.4	90	电热板	A－◎
实施例2	0.5	100	甲基纤维素	0.3	0.4	90	电热板	A－◎
实施例3	1	100	甲基纤维素	0.3	0.4	90	电热板	B－○
实施例4	0.05	100	甲基纤维素	0.3	0.4	20	电热板	B－○
实施例5	0.05	100	甲基纤维素	0.3	0.4	50	电热板	A－◎
实施例6	0.05	100	甲基纤维素	0.3	0.4	200	电热板	A－◎
实施例7	0.05	100	甲基纤维素	0.3	0.4	500	电热板	A－◎
实施例8	0.05	100	甲基纤维素	0.3	0.4	2000	电热板	C－○
实施例9	0.05	100	PVA	0.3 (固态部分)	0.4	100	电热板	C－○

（实施例 1）

作为遮蔽的方法，采用了使用粘附性薄膜的方法。粘附性薄膜的厚度、用于单元密封的浆液的与比较例 1 相同，如图 1（b）所示，使用热传导机构 12（电热板）作为干燥机构，通过使蜂窝夹层结构体 1 的单元密封部 2 直接接触在设定温度 250℃的热传导机构 12（电热板）上，干燥 5 分钟。

（实施例 2、3）

作为遮蔽的方法，采用了使用粘附性薄膜的方法。作为粘附性薄膜使用厚度为 0.5mm 的薄膜，在实施例 2 中粘附了 1 张该粘附性薄膜（厚度 0.5mm），在实施例 3 中层叠并粘附了 2 张（厚度 1mm）。用于单元密封的浆液、干燥机构、干燥方法与实施例 1 相同。

（实施例 4～8）

作为遮蔽的方法，采用了使用粘附性薄膜的方法。粘附性薄膜的厚度、干燥机构、干燥方法与实施例 1 相同。作为用于单元密封的浆液，使用以下浆液：用表 1 所述的比率来混合作为陶瓷粉末的堇青石粉末、作为结合剂的热胶凝硬化性的结合剂的甲基纤维素、作为反絮凝剂的特殊羧酸型高分子表面活性剂（商品名：Poise530、花王公司制），加水作为分散介质，利用该水量适当调整粘度，混合 30 分钟，来进行调制所得。其浆液粘度为 20dPa·s（实施例 4）、50dPa·s（实施例 5）、200dPa·s（实施例 6）、500dPa·s（实施例 7）、2000dPa·s（实施例 8）。

（实施例 9）

作为遮蔽的方法，采用了使用粘附性薄膜的方法。粘附性薄膜的厚度、干燥机构、干燥方法与实施例 1 相同。作为用于单元密封的浆液，除了用 PVA 替代甲基纤维素来作为结合剂之外，其它与实施例 1 同样地调制而成。其浆液粘度为 100dPa·s。

（评价）

干燥结束后，观察单元密封部的状态来进行评价，表 1 示出其结果。图 4 是表示蜂窝夹层结构体 21 的入口侧端面 B 附近的示意放大剖视图，用 A 标记如图 4（i）所示的完全不产生气孔缺陷的状态，用 B 标记如图 4（ii）所示的虽稍产生凹部 28 但实用上完全没有问题的状态，用 C 标记如图 4（iii）所示的虽不产生气孔缺陷但单元密封部 22

的端部变圆，与单元 23 的接触面积变小的状态，用 D 标记如图 4（iv）所示的产生了气孔缺陷 26 的状态。此外，用◎标记非常良好的状态，用○标记良好的状态，用×标记不良的状态。

（结果）

如表 1 所示，根据实施例 1～9 的制造方法，能够有效地防止在单元密封部上产生气孔缺陷、或开出贯通单元密封部的孔的问题。另一方面，在比较例 1 的制造方法中，在单元密封部上产生了气孔缺陷，为不良状态。

工业上的可利用性

如以上说明所述，本发明的蜂窝夹层结构体的制造方法是通过热传导机构对单元密封部进行干燥的，所以能够有效地防止在单元密封部上产生气孔缺陷、或开出贯通单元密封部的孔的问题。

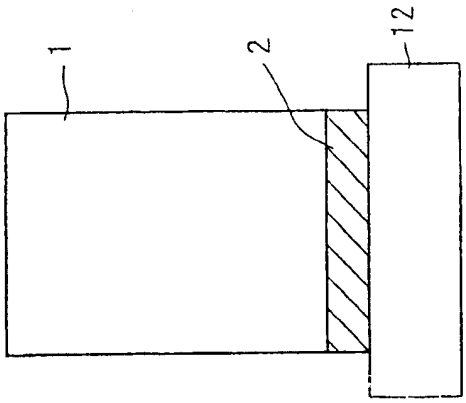


图 1(b)

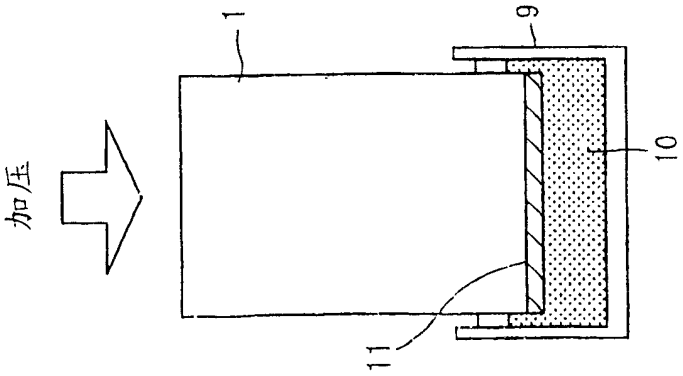


图 1(a)

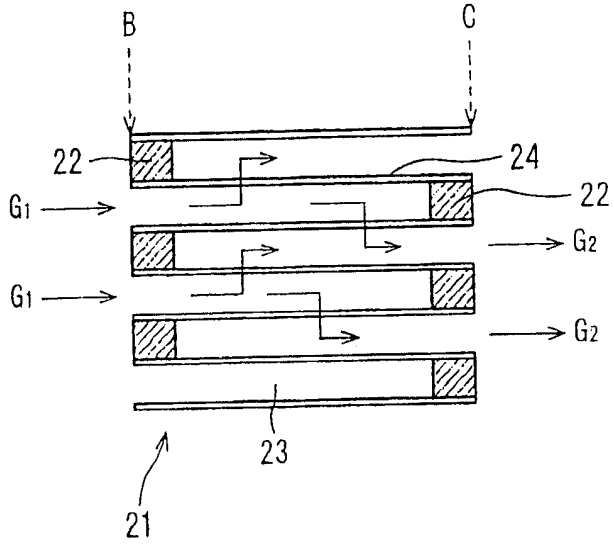


图 2

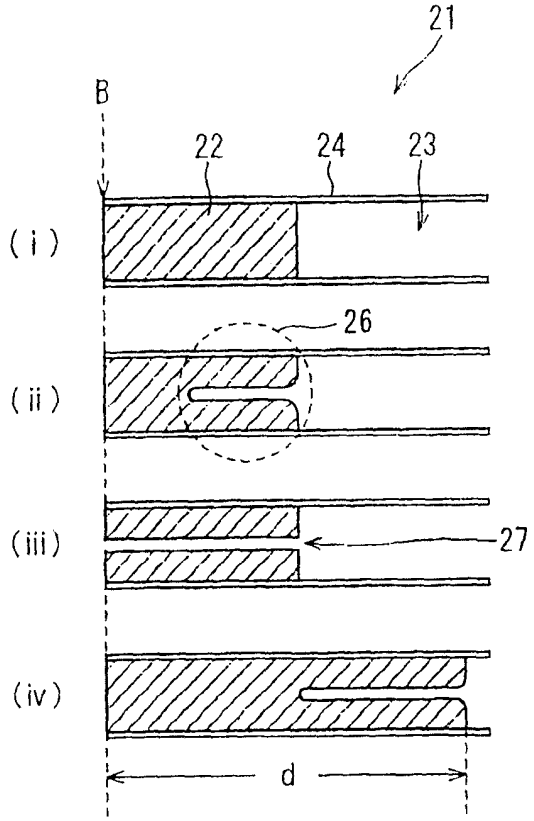


图 3

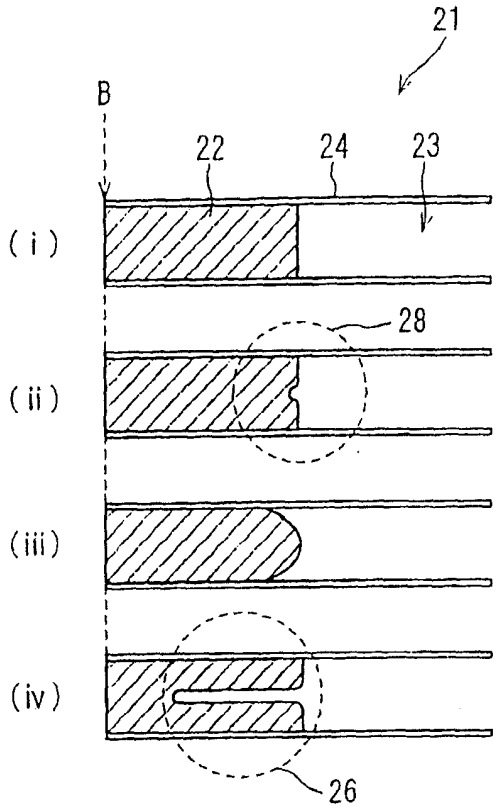


图 4