(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第4805808号
(P4805808)

(45)発行日　平成23年11月2日(2011.11.2)　(24)登録日　平成23年8月19日(2011.8.19)

| (51)Int.Cl. | | F I | | |
|---|---|---|---|---|
| F01N 3/26 | (2006.01) | F01N | 3/26 | ZABJ |
| C04B 38/00 | (2006.01) | C04B | 38/00 | 303A |
| F01N 3/28 | (2006.01) | F01N | 3/28 | 311L |
| | | F01N | 3/28 | 311N |

請求項の数 8　(全 26 頁)

| | |
|---|---|
| (21)出願番号 | 特願2006-501121 (P2006-501121) |
| (86)(22)出願日 | 平成16年1月22日 (2004.1.22) |
| (65)公表番号 | 特表2006-517275 (P2006-517275A) |
| (43)公表日 | 平成18年7月20日 (2006.7.20) |
| (86)国際出願番号 | PCT/US2004/001977 |
| (87)国際公開番号 | WO2004/064996 |
| (87)国際公開日 | 平成16年8月5日 (2004.8.5) |
| 審査請求日 | 平成19年1月22日 (2007.1.22) |
| (31)優先権主張番号 | 60/441,664 |
| (32)優先日 | 平成15年1月22日 (2003.1.22) |
| (33)優先権主張国 | 米国(US) |
| (31)優先権主張番号 | 60/456,736 |
| (32)優先日 | 平成15年3月21日 (2003.3.21) |
| (33)優先権主張国 | 米国(US) |

(73)特許権者　505005049
スリーエム　イノベイティブ　プロパティズ　カンパニー
アメリカ合衆国，ミネソタ州　５５１３３－３４２７，セント　ポール，ポスト　オフィス　ボックス　３３４２７，スリーエム　センター
(74)代理人　100099759
弁理士　青木　篤
(74)代理人　100077517
弁理士　石田　敬
(74)代理人　100087413
弁理士　古賀　哲次
(74)代理人　100102990
弁理士　小林　良博

最終頁に続く

(54)【発明の名称】成形三次元絶縁体

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

汚染防止装置のエンドコーン領域における内側エンドコーン筐体と外側エンドコーン筐体との間に配置されるための寸法を有するエンドコーン絶縁体であって、前記エンドコーン絶縁体は、（ａ）熱機械分析試験を用いたバルク収縮率が１０パーセント以下のセラミックファイバーおよび（ｂ）前記セラミックファイバーの重量に基づいて４０重量％以下の無機バインダーを含み、前記エンドコーン絶縁体は、自立形であり、シームレスであり、円錐形であり、実装密度が約０．４ｇ／ｍｌである場合に７５０ｋＮ／$m^2$以下の圧縮値を示すのに十分に可撓性であり、および、移動することができ前記エンドコーン絶縁体または前記汚染防止装置に含まれるモノリスに悪影響を及ぼし得る膨張性材料を含まないことを特徴とするエンドコーン絶縁体。

【請求項２】

前記セラミックファイバーが、当該ファイバーの重量に基づいて少なくとも２０重量パーセントの量の$Al_2O_3$と少なくとも３０重量パーセントの量のシリカとを含み、前記セラミックファイバーが微結晶質、結晶質、またはこれらの組み合わせである、請求項１に記載のエンドコーン絶縁体。

【請求項３】

前記エンドコーン絶縁体がさらに有機バインダーを含む、請求項１または２に記載のエンドコーン絶縁体。

【請求項４】

金属製の内側エンドコーン筐体と金属製の外側エンドコーン筐体とを含み、これらの筐体の間に請求項１～３のいずれか一項に記載のエンドコーン絶縁体を含む汚染防止装置。

【請求項５】

汚染防止装置のエンドコーン領域における内側エンドコーン筐体と外側エンドコーン筐体との間に配置されるための寸法を有するエンドコーン絶縁体の製造方法であって、（ａ）熱機械分析試験を用いたバルク収縮率が１０パーセント以下のセラミックファイバーおよび（ｂ）前記セラミックファイバーの重量に基づいて４０重量％以下の無機バインダーを含む水性スラリーを調製する工程と、

前記水性スラリーから円錐形プリフォームを透過成形ダイで真空成形する工程と、

前記プリフォームを乾燥して、自立形であり、シームレスであり、円錐形であり、実装密度が約０．４ｇ／ｍｌである場合に７５０ｋＮ／$m^2$以下の圧縮値を示すのに十分に可撓性であり、および、移動することができ前記エンドコーン絶縁体または前記汚染防止装置に含まれるモノリスに悪影響を及ぼし得る膨張性材料を含まないエンドコーン絶縁体を作製する工程と

を含み、前記エンドコーン絶縁体は汚染防止装置のエンドコーン領域における内側エンドコーン筐体と外側エンドコーン筐体の間に配置されるための寸法を有する、エンドコーン絶縁体の製造方法。

【請求項６】

前記セラミックファイバーが、当該セラミックファイバーの重量に基づいて少なくとも２０重量パーセントの量の$Al_2O_3$と少なくとも３０重量パーセントの量のシリカとを含み、前記セラミックファイバーが微結晶質、結晶質またはこれらの組み合わせである、請求項５に記載の方法。

【請求項７】

前記真空成形が、前記プリフォームを前記透過成形ダイにより支持しながら前記プリフォームを形状保持装置中に挿入するか又は形状保持装置上に付着させる工程、前記プリフォームを前記形状保持装置に移す工程と、前記透過成形ダイを取り外す工程とをさらに含む、請求項５または６に記載の方法。

【請求項８】

内側エンドコーン筐体および外側エンドコーン筐体を含むエンドコーン領域を有する汚染防止装置の製造方法であって、請求項５～７のいずれか一項に記載の方法により製造されたエンドコーン絶縁体を汚染防止装置の前記内側エンドコーン筐体と外側エンドコーン筐体との間に配置することを含む、汚染防止装置の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

関連出願の相互参照

本出願は、２００３年１月２２日出願の米国特許仮出願第６０／４４１，６６４号および２００３年３月２１日出願の米国特許仮出願第６０／４５６，７３６号の優先権を主張するものである。

【０００２】

成形三次元絶縁体および絶縁体の製造方法を提供する。特に、汚染防止装置のエンドコーン領域に用いるのに好適な成形三次元絶縁体を提供する。

【背景技術】

【０００３】

汚染防止装置は、大気汚染を減少させるために自動車両に用いられている。触媒コンバータとディーゼル微粒子フィルタまたはトラップの２種類の汚染防止装置が現在広く用いられている。触媒コンバータは、一般的に、モノリシック構造の形態で基材上にコートされる１種類以上の触媒を含有している。金属モノリスが用いられているが、モノリシック構造は、通常、セラミックである。触媒は、一酸化炭素を酸化する、様々な炭化水素を酸化する、窒素酸化物を還元する、または排気ガス中でそれらの組み合わせを行う。ディー

ゼル微粒子フィルタまたはトラップは、一般的に透過性結晶セラミック材料から作成されたハニカムモノリシック構造を持つ壁フローフィルタの形態である。ハニカムモノリシック構造の交互のセルは、排気ガスが１つのセルに入って、透過壁を通って他のセルに流れて、構造から出るように栓がされているのが一般的である。

【０００４】

これらの汚染防止装置の現在の最新の構造において、モノリシック構造はエンドコーン筐体で囲まれている。モノリシック構造は、一般的に車両の排気パイプより直径が大きいため、エンドコーン筐体は一般的に遷移ゾーンを含んでいる。エンドコーン領域と呼ばれるこの遷移ゾーンは、モノリシック構造に好適な直径から、排気パイプに連結するのに好適な直径まで狭くなっている。エンドコーンは、通常、円錐形状であり、汚染防止装置の入口側と出口側の両方に備えることができる。

【０００５】

汚染防止装置は、通常、例えば、約５００℃を超えるような比較的高温で運転される。従って、エンドコーン筐体には、一般的に絶縁がなされる。実装マットの形態の絶縁材料を、モノリシック構造と金属筐体との間に配置させることができる。エンドコーン筐体のエンドコーン領域を絶縁してもよい。エンドコーン領域は、一般的に、外側エンドコーン筐体と内側エンドコーン筐体を含む二重壁構造を有している。絶縁材料を、内側と外側エンドコーン筐体との間に配置させることができる。

【発明の開示】

【課題を解決するための手段】

【０００６】

本発明は、成形三次元絶縁体を提供する。特に、絶縁体は、汚染防止装置のエンドコーン領域に用いるのに好適である。本発明はまた絶縁体の製造方法も提供する。

【０００７】

一態様において、汚染防止装置のエンドコーン領域に用いるのに好適な成形三次元絶縁体を含む物品が提供される。絶縁体は、熱機械分析試験（すなわち、セラミックファイバーの試料を、約５０ｐｓｉ（３４５ｋＮ／$m^2$）の荷重を加えて１０００℃まで加熱してから冷却し、加熱工程中７５０℃での試料のキャリパを、冷却工程中７５０℃での試料のキャリパと比べる）を用いて１０パーセント以下のバルク収縮率を有するセラミックファイバーを含んでいる。絶縁体は自立形でシームレスであり、実装密度が約０．４ｇ／ｍｌのとき７５０ｋＮ／$m^2$以下の圧縮値（compressibility valve）を有している。物品は、絶縁体の内側表面に取り付けられた、絶縁体の外側表面に取り付けられた、またはこれらの組み合わせである汚染防止装置用エンドコーン筐体をさらに含むことができる。

【０００８】

本発明の第２の態様はまた、汚染防止装置のエンドコーン領域に用いるのに好適な寸法を有する成形三次元絶縁体を含む物品を提供する。絶縁体はセラミックファイバーを含み、このセラミックファイバーは、当該ファイバーの重量に基づいて少なくとも２０重量パーセントのアルミナと少なくとも３０重量パーセントのシリカとを含有するセラミックファイバーを含む。セラミックファイバーは、微結晶質、結晶質またはこれらの組み合わせとすることができる。絶縁体は自立形でシームレスであり、実装密度が約０．４ｇ／ｍｌの場合に７５０ｋＮ／$m^2$以下の圧縮値を有している。物品は、絶縁体の内側表面に取り付けられた、絶縁体の外側表面に取り付けられた、またはこれらの組み合わせである汚染防止装置用エンドコーン筐体をさらに含むことができる。

【０００９】

本発明の第３の態様は、汚染防止装置のエンドコーン領域に用いるのに好適な絶縁体を含む物品の製造方法を提供する。本方法には、水性スラリーを調製し、水性スラリーから成形三次元プリフォームを透過成形ダイ（permeable forming die）で真空成形し、プリフォームを乾燥して成形三次元絶縁体を製造することが含まれる。プリフォームを作製するのに用いる水性スラリーは、熱機械分析試験に基づいて１０パーセント以下のバルク収縮率を有するセラミックファイバーを含む。絶縁体は自立形であり、実装密度が約０．４

ｇ／ｍｌの場合に７５０ｋＮ／$m^2$以下の圧縮値を有している。

【００１０】

本発明の第４の態様は、汚染防止装置のエンドコーン領域に用いるのに好適な絶縁体を含む物品の製造方法を提供する。本方法には、水性スラリーを調製し、水性スラリーから成形三次元プリフォームを透過成形ダイで真空成形し、プリフォームを乾燥して成形三次元絶縁体を製造することが含まれる。プリフォームを作製するのに用いる水性スラリーは、少なくとも２０重量パーセントのアルミナと少なくとも３０重量パーセントのシリカとを含有するセラミックファイバーを含む。セラミックファイバーは、微結晶質、結晶質またはこれらの組み合わせとすることができる。絶縁体は自立形であり、実装密度が約０．４ｇ／ｍｌの場合に７５０ｋＮ／$m^2$以下の圧縮値を有している。

【００１１】

本発明の上記概要は、開示された各実施形態または本発明のそれぞれの実施を説明することを意図するものではない。以下の図面および詳細な説明により、これらの実施形態をより詳細に実証する。

【００１２】

本発明は様々な修正および変形形態に訂正可能であるが、その特定例については、図面により例示されておりこれについて詳細に説明する。しかしながら、本発明を記載された特定の実施形態に限定するものではない。逆に、本発明の技術思想および範囲内に含まれる全ての修正、等価物および変形を含むものとする。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１３】

本発明は、汚染防止装置のエンドコーン領域に用いるのに好適な成形三次元絶縁体を有する物品および物品の製造方法を提供する。本明細書において、「成形三次元絶縁体」という言い回しは、絶縁材料の平シートから形成されていない絶縁物品のことを指す。逆に、絶縁材料は、三次元形状を有する鋳型またはダイを用いて形成される。シートから形成された絶縁体とは異なり、成形三次元絶縁体は、平絶縁物品を提供するべく開くことのできるシームを有していない。

【００１４】

図１に、内側エンドコーン筐体と外側エンドコーン筐体との間に配置された絶縁体を有する一般的な汚染防止装置の断面図を示す。汚染防止装置１０は、略円錐の入口１４と出口１６を備えたエンドコーン筐体１２を含んでいる。缶またはケースとも呼ばれる筐体は、通常、ステンレス鋼のような金属でできている。筐体１２内に配置されているのは、セラミックまたは金属材料でできたモノリシック構造１８である。モノリシック構造は触媒を含むことができる。絶縁材料２２がモノリシック構造１８を囲んでいる。

【００１５】

金属筐体の入口１４と出口１６は、内側エンドコーン筐体２８と外側エンドコーン筐体２６とを含んでいる。絶縁材料３０は、内側エンドコーン筐体２８と外側エンドコーン筐体２６との間に配置されている。本発明の成形三次元絶縁体は、絶縁材料３０として用いることができる。

【００１６】

平シートまたはマットから作成されたエンドコーン絶縁体が知られている。絶縁材料の平シートまたはマットは、所望のサイズまたは形状に切断して、成形しエンドコーン領域内に合わせることができる。例えば、平シートは切断して、シームを有する円錐形状へ形成することができる。所望のサイズおよび形状までシートまたはマットを切断する必要があるため、絶縁材料がいくらか無駄になってしまう。成形三次元絶縁体であると、無駄が少なくなる。さらに、複雑な形状を有するエンドコーンに合わせるのに平シートを切断するのは難しかったり不可能であったりする。

【００１７】

セラミックファイバーを含有する成形三次元絶縁体が知られている。しかしながら、絶縁体の中には、剛性がありすぎて、汚染防止装置の内側と外側エンドコーン筐体との間に

配置させるのが難しいものがあった。絶縁体には不均一な厚さのものもあった。不均一な厚さを有する絶縁材料も、汚染防止装置のエンドコーン領域に配置するのが難しかった。

【００１８】

一態様において、汚染防止装置のエンドコーン領域に用いるのに好適な成形三次元絶縁体を含む物品が提供される。絶縁体は、熱機械分析試験を用いて１０パーセント以下のバルク収縮率を有するセラミックファイバーを含む。絶縁体は自立形でシームレスであり、実装密度が０．４ｇ／ｍｌの場合に７５０ｋＮ／$m^2$以下の圧縮値を有している。物品は、絶縁体の内側表面に取り付けられた、絶縁体の外側表面に取り付けられた、またはこれらの組み合わせである汚染防止装置用エンドコーン筐体をさらに含むことができる。

【００１９】

図２に、内側表面５２と外側表面５４とを有する成形三次元絶縁体５０の一実施形態を示す。絶縁体５０の内側表面５２は、汚染防止装置の内側エンドコーン筐体に近接させることができる。絶縁体５０の外側表面５４は、汚染防止装置の外側エンドコーン筐体に近接させることができる。その他の形状を用いて、汚染防止装置のエンドコーン領域に絶縁体を配置させるための略円錐形状を与えることができる。かかる形状の一つを図３に示す。

【００２０】

好適なセラミックファイバーは、熱機械分析（ＴＭＡ）試験を用いて１０パーセント以下のバルク収縮率を有するようなものである。ＴＭＡ試験において、荷重（例えば、５０ｐｓｉまたは３４５Ｎ／$m^2$）を加えた試料を１０００℃まで加熱してから冷却する。７５０℃での加熱および冷却サイクルの両方の間に試料のキャリパを測定してパーセント収縮率を計算することができる。パーセント収縮率は、１００を乗算し、加熱工程中７５０℃でのキャリパで除算した、加熱および冷却工程中の７５０℃でのキャリパにおける差に等しい。ＴＭＡ試験を用いて、セラミックファイバーまたはセラミックファイバーから作製した絶縁体の特徴を調べることができる。絶縁体に存在し得る有機材料の大半または全ては、熱機械分析器の温度が７５０℃に達するときまでに除去される。

【００２１】

ある実施形態においては、セラミックファイバーのバルク収縮率は１０パーセント以下、８パーセント以下、６パーセント以下、４パーセント以下、３パーセント以下、２パーセント以下または１パーセント以下である。セラミックファイバーは、通常少なくとも０．５パーセント収縮する。ある実施形態において、セラミックファイバーのＴＭＡ試験を用いたバルク収縮率は０．５～２パーセント、０．５～３パーセント、０．５～５パーセント、０．５～６パーセントである。

【００２２】

供給時１０パーセント以下のバルク収縮率を有する市販のセラミックファイバー（ファイバーは熱処理処理なしで供給された状態で使用可能である）としては、これらに限られるものではないが、結晶で、$Al_2O_3$（すなわちアルミナ）と$SiO_2$（すなわちシリカ）の両方を含有するファイバーが例示される。$Al_2O_3$対$SiO_2$対（$Al_2O_3$：$SiO_2$）の重量比は、６０：４０、６５：３５、７０：３０、７２：２８、７５：２５、８０：２０、９０：１０、９５：５、９６：４、９７：３または９８：２より大きい、またはこれらに等しいものとすることができる。ある特定の実施例において、セラミックファイバーは、ファイバーの重量に基づいて６０～９８重量パーセントの$Al_2O_3$と２～４０重量パーセントの$SiO_2$とを含有している。他の特定の実施例において、セラミックファイバーは、ファイバーの重量に基づいて７０～９８重量パーセントの$Al_2O_3$と２～３０重量パーセントの$SiO_2$とを含有している。微量のその他の酸化物も存在し得る。本明細書において「微量」という用語は、２重量パーセント以下、１重量パーセント以下、または０．５重量パーセント以下の量のことを指す。

【００２３】

熱処理なしで使用可能な好適なセラミックファイバーとしては、これらに限られるものではないが、三菱化学（日本、東京）（Ｍｉｔｓｕｂｉｓｈｉ　Ｃｈｅｍｉｃａｌ　（Ｔ

ｏｋｙｏ，Ｊａｐａｎ）よりファイバーの重量に基づいて２８重量パーセントの$SiO_2$と７２重量パーセントの$Al_2O_3$を有する「マフテック（ＭＡＦＴＥＣ）」（たとえばＭＬＳ１、ＭＬＳ２およびＭＬＳ３）という商品名で、サフィルリミテッド（英国、ウィッドネスチェシャー）（Ｓａｆｆｉｌ Ｌｉｍｉｔｅｄ （Ｗｉｄｎｅｓｓ Ｃｈｅｓｈｉｒｅ，Ｕ．Ｋ．））よりファイバーの重量に基づいて３～５重量パーセントの$SiO_2$と９５～約９７重量パーセントの$Al_2O_3$を有する「サフィル（ＳＡＦＦＩＬ）」（ＳＦ、ＬＡバルク、ＨＡバルク、ＨＸバルク）という商品名で、ユニフラックス（Ｕｎｉｆｒａｘ）（ニューヨーク州トナワンダ（（Ｔｏｎａｗｏｎｄａ，ＮＹ））よりファイバーの重量に基づいて２８重量パーセントの$SiO_2$と７２重量パーセントの$Al_2O_3$を有する「ユニフラックス・ファイバーフラックス・ファイバーマックス（ＵＮＩＦＲＡＸ ＦＩＢＥＲＦＲＡＸ ＦＩＢＥＲＭＡＸ）」という商品名で販売されているものが挙げられる。

【００２４】

ある実施形態において、市販のセラミックファイバーを熱処理すると、１０パーセント未満のバルク収縮率を有するセラミックファイバーを提供することができる。かかるファイバーは一般的に$Al_2O_3$と$SiO_2$の両方を含む。$Al_2O_3$対$SiO_2$対（$Al_2O_3$：$SiO_2$）の重量比は、２０：８０、３０：７０、３５：６５、４０：６０、４５：５５、５０：５０、５５：４５、６０：４０または７０：３０より大きい、またはこれらに等しいものとすることができる。セラミックファイバーは、一般的に、少なくとも３０重量パーセントの$SiO_2$と少なくとも２０重量パーセントの$Al_2O_3$とを含む。例えば、好適なセラミックファイバーは、ファイバーの重量に基づいて３０～８０重量パーセントのシリカと、２０～７０重量パーセント重量パーセントのアルミナとを含有することができる。ある特定の実施例において、セラミックファイバーは、ファイバーの重量に基づいて４０～６０重量パーセントのシリカと、４０～６０重量パーセント重量パーセントのアルミナとを含有することができる。他の特定の実施例において、セラミックファイバーは、ファイバーの重量に基づいて４５～５５重量パーセントのシリカと、４５～５５重量パーセント重量パーセントのアルミナとを含有することができる。微量のその他の酸化物も存在し得る。

【００２５】

熱処理後に好適な例証のセラミックファイバーとしては、これらに限られるものではないが、ファイバーの重量に基づいて５０重量パーセントの$SiO_2$と５０重量パーセントの$Al_2O_3$を有する「カオウール（ＫＡＯＷＯＯＬ）ＨＡバルク（ＢＵＬＫ）」という商品名でサーマルセラミック（Ｔｈｅｒｍａｌ Ｃｅｒａｍｉｃ）（ジョージア州オーガスタ（Ａｕｇｕｓｔａ，ＧＡ））より、ファイバーの重量に基づいて５４重量パーセントの$SiO_2$と４６重量パーセントの$Al_2O_3$を有する「セラファイバー（ＣＥＲＡＦＩＢＥＲ）」という商品名でサーマルセラミックス（Ｔｈｅｒｍａｌ Ｃｅｒａｍｉｃｓ）より、ファイバーの重量に基づいて５４重量パーセントの$SiO_2$と４６重量パーセントの$Al_2O_3$を有する「カオウール（ＫＡＯＷＯＯＬ）Ｄ７３Ｆ」という商品名でサーマルセラミック（Ｔｈｅｒｍａｌ Ｃｅｒａｍｉｃｓ）より、ファイバーの重量に基づいて５２重量パーセントの$SiO_2$、４７重量パーセントの$Al_2O_3$、１重量パーセント以下の$Fe_2O_3$およびその他を有する「ラス（ＲＡＴＨ）２３００ＲＴ」という商品名でラス（Ｒａｔｈ）（デラウェア州ウィルミントン（Ｗｉｌｍｉｎｇｔｏｎ，ＤＥ））より、ファイバーの重量に基づいて５４重量パーセントの$SiO_2$、４６重量パーセントの$Al_2O_3$および微量のその他を有する「ラス・アルミノ－シリケート・チョップドファイバー（ＲＡＴＨ ＡＬＵＭＩＮＯ－ＳＩＬＩＣＡＴＥ ＣＨＯＰＰＥＤ ＦＩＢＥＲ）」という商品名でラス（Ｒａｔｈ）より、ファイバーの重量に基づいて４９～５３重量パーセントの$SiO_2$、４３～４７重量パーセントの$Al_2O_3$、０．７～１．２重量パーセントの$Fe_2O_3$、１．５～１．９重量パーセントの$TiO_2$および１重量パーセント以下のその他を有する「セルーウール（ＣＥＲ－ＷＯＯＬ）ＲＴ」という商品名でベスビウス（Ｖｅｓｕｖｉｕｓ）（ニューヨーク州バッファロー）（Ｂｕｆｆａｌｏ，ＮＹ）より、ファイバーの重量に基づいて４９～５７重量パーセントの$SiO_2$、３８～４７重量パーセントの$Al_2O$

$_3$、０．７～１．５重量パーセントの$Fe_2O_3$、１．６～１．９重量パーセントの$TiO_2$および０～０．５重量パーセントのその他を有する「セルーウール（ＣＥＲ－ＷＯＯＬ）ＬＴ」という商品名でベスビウス（Ｖｅｓｕｖｉｕｓ）より、ファイバーの重量に基づいて５０～５４重量パーセントの$SiO_2$、４４～４９重量パーセントの$Al_2O_3$、０～０．２重量パーセントの$Fe_2O_3$、０～０．１重量パーセントの$TiO_2$および０．５重量パーセント以下のその他を有する「セルーウール（ＣＥＲ－ＷＯＯＬ）ＨＰ」という商品名でベスビウス（Ｖｅｓｕｖｉｕｓ）より市販されているセラミックファイバーが挙げられる。

【００２６】

熱処理後に好適なセラミックファイバーのその他の実施形態において、セラミックファイバーは$SiO_2$、$Al_2O_3$および$ZnO_2$を含有している。$Al_2O_3$対$SiO_2$対（$Al_2O_3$：$SiO_2$）の重量比は、２０：８０、３０：７０、３５：６５、４０：６０、４５：５５、５０：５０、５５：４５、６０：４０または７０：３０より大きい、またはこれらに等しいものとすることができる。ファイバーは、ファイバーの重量に基づいて少なくとも３重量パーセントの$ZrO_2$、少なくとも３０重量パーセントの$SiO_2$、および少なくとも２０重量パーセントの$Al_2O_3$を含有している。ある実施形態において、ファイバーは、ファイバーの重量に基づいて５重量パーセントまで、７重量パーセントまで、１０重量パーセントまで、１２重量パーセントまで、１５重量パーセントまで、１６重量パーセントまで、２０まで、または２５重量パーセントまでの$ZrO_2$を含有している。セラミックファイバーは、ファイバーの重量に基づいて３０～７０、４０～６５、４５～６０、４５～５５または５０～６０重量パーセントの量で$SiO_2$を含有している。セラミックファイバーは、ファイバーの重量に基づいて２０～６０、２５～５０、２５～４５、２５～４０、２５～３５、３０～５０、または３０～４０重量パーセントの量で$Al_2O_3$を含有することができる。ある特定の実施例において、セラミックファイバーはファイバーの重量に基づいて２５～５０重量パーセントの$Al_2O_3$、４０～６０重量パーセントの$SiO_2$、および３～２０重量パーセントの$ZrO_2$を含有する。他の特定の実施例において、セラミックファイバーはファイバーの重量に基づいて３０～４０重量パーセントの$Al_2O_3$、４５～６０重量パーセントの$SiO_2$、および５～２０重量パーセントの$ZrO_2$を含有する。微量のその他の酸化物が存在し得る。

【００２７】

熱処理後に好適な$SiO_2$、$Al_2O_3$および$ZrO_2$を含有する模範的なセラミックファイバーとしては、ファイバーの重量に基づいて５０重量パーセントの$SiO_2$、３５重量パーセントの$Al_2O_3$、および１５重量パーセントの$ZrO_2$を有する「カオウール（ＫＡＯＷＯＯＬ）ＺＲ」および「セラケム（ＣＥＲＡＣＨＥＭ）」という商品名でサーマルセラミック（Ｔｈｅｒｍａｌ　Ｃｅｒａｍｉｃ）（ジョージア州オーガスタ（Ａｕｇｕｓｔａ，ＧＡ））より、ファイバーの重量に基づいて５２～５７重量パーセントの$SiO_2$、２９～４７重量パーセントの$Al_2O_3$、１８重量パーセント以下の$ZrO_2$を有する「ユニフラックス・ファイバーフラックス・ファイバーマット（ＵＮＩＦＲＡＸ　ＦＩＢＥＲＦＲＡＸ　ＦＩＢＥＲＭＡＴ）」という商品名でユニフラックス（Ｕｎｉｆｒａｘ）（ニューヨーク州トナワンダ（Ｔｏｎａｗｏｎｄａ，ＮＹ））より、ファイバーの重量に基づいて５０～５４重量パーセントの$SiO_2$、３１～３５重量パーセントの$Al_2O_3$、５重量パーセントの$ZrO_2$、１．３重量パーセントの$Fe_2O_3$、１．７重量パーセントの$TiO_2$、０．５重量パーセントのＭｇＯ、および７重量パーセント以下のＣａＯを有する「ユニフラックス・ファイバーフラックス・デュラバック（ＵＮＩＦＲＡＸ　ＦＩＢＥＲＦＲＡＸ　ＤＵＲＡＢＡＣＫ）」という商品名でユニフラックス（Ｕｎｉｆｒａｘ）より、ファイバーの重量に基づいて４８重量パーセントの$SiO_2$、３７重量パーセントの$Al_2O_3$、１５重量パーセントの$ZrO_2$、および１重量パーセント以下のその他を有する「ラス（ＲＡＴＨ）２６００ＨＴＺ」という商品名でラス（Ｒａｔｈ）（デラウェア州ウィルミントン（Ｗｉｌｍｉｎｇｔｏｎ，ＤＥ））より、そしてファイバーの重量に基づいて４４～５１重量パーセントの$SiO_2$、３３～３７重量パーセントの$Al_2O_3$、１３

～１９重量パーセントの$ZrO_2$、０．１～０．６重量パーセントの$Fe_2O_3$、０．１～０．６重量パーセントの$TiO_2$、および１重量パーセント以下のその他を有する「セルーウール（ＣＥＲ－ＷＯＯＬ）ＨＴＺ」という商品名でベスビウス（Ｖｅｓｕｖｉｕｓ）（ニューヨーク州バッファロー（Ｂｕｆｆａｌｏ，ＮＹ））より市販されているものが例示される。

【００２８】

セラミックファイバーは、熱処理プロセス中失透する（すなわち、アモルファス状態から微結晶質または結晶質状態へ少なくとも一部が変化する）傾向がある。通常、個々のセラミックファイバーの一部のみが失透する。すなわち、熱処理後、個々のセラミックファイバーは、アモルファス材料、結晶質材料、微結晶質材料、または結晶質と微結晶質材料の組み合わせを含有している。

【００２９】

透過型電子顕微鏡およびｘ線回折のような技術を用いて、セラミックファイバーのアモルファス、結晶または微結晶性を調べた。本明細書において、「アモルファス」という用語は、結晶または微結晶領域のないセラミックファイバーのことを指す。セラミックファイバーがアモルファスの場合には、透過型電子顕微鏡またはｘ線回折のいずれかを用いても回折ピーク（すなわち、回折パターン）は検出できなかった。セラミックファイバーが小さな結晶サイズ（すなわち微結晶）を有する領域を含む場合には、透過型電子顕微鏡を用いると回折ピーク（すなわち、回折パターン）が検出できたが、ｘ線回折を用いると検出できなかった。本明細書において、「微結晶」という用語は、結晶性を備えた少なくともある領域を有し、透過型電子顕微鏡では検出可能であるが、ｘ線回折では検出できない結晶サイズを有するセラミックファイバーのことを指す。セラミックファイバーが大きな結晶サイズ（すなわち、結晶）を有する領域を含有している場合には、回折パターンはｘ線回折を用いて得ることができる。本明細書において、「結晶」という用語は、結晶性を備えた少なくともある領域を有し、ｘ線回折で検出可能な結晶サイズを有するセラミックファイバーのことを指す。ｘ線回折を用いて検出可能な最小結晶サイズだと、明確なピークのない広い回折パターンとなる。狭いピークは、大きな結晶サイズであることを示す。回折ピークの幅を用いると結晶サイズを求めることができる。

【００３０】

ある用途において、セラミックファイバーを少なくとも７００℃の温度で熱処理する。例えば、セラミックファイバーは少なくとも８００℃の温度、少なくとも９００℃の温度、少なくとも１０００℃の温度、または少なくとも１１００℃の温度で熱処理することができる。好適な熱処理温度は、セラミックファイバーの組成、セラミックファイバーを熱処理温度で保持する時間に応じて異なる。好適な熱処理方法および好適な熱処理セラミックファイバーは、例えば、ここに参考文献として組み込まれる国際特許出願国際公開第９９／４６０２８号パンフレットおよび米国特許第５，２５０，２６９号明細書にさらに記載されている。

【００３１】

熱処理プロセス中に形成される結晶または微結晶のサイズに関連した時間－温度の関係がある。例えば、セラミックファイバーを、長い時間については低温で、短い時間については高温で熱処理すると、結晶性と微結晶性の同等の状態を作ることができる。熱処理温度での時間は１時間まで、４０分まで、３０分まで、２０分まで、１０分まで、５分まで、３分まで、または２分までとすることができる。例えば、熱処理温度を選択すると、１０分までといった比較的短い熱処理時間を用いることができる。

【００３２】

熱処理温度は、失透温度（すなわち、セラミックファイバーがアモルファス材料から微結晶または結晶材料となる温度）より少なくとも２０℃、少なくとも３０℃、少なくとも４０℃、少なくとも５０℃、少なくとも６０℃、少なくとも７０℃、少なくとも８０℃、少なくとも９０℃、または少なくとも１００℃高い温度になるよう選択できる。セラミックファイバーの好適な熱処理時間および温度は、例えば、示差熱分析（ＤＴＡ）のような

技術を用いて求めることができる。アルミナ－シリカファイバーの温度は、一般的に、７００℃～１２００℃の範囲、８００℃～１２００℃の範囲、９００℃～１２００℃の範囲、または９５０℃～１２００℃の範囲である。

【００３３】

完全にアモルファスであるセラミックファイバーは、通常、微結晶質、結晶質またはこれらの組み合わせである領域を含有するセラミックファイバーをより多く収縮させる。アモルファスファイバーが成形三次元物品へと作成されるときは、汚染防止装置が受けるような高温まで加熱されると物品は過剰に収縮する傾向がある。アモルファスファイバーを含有する絶縁材料を汚染防止装置のエンドコーン領域に用いると、加熱により収縮した絶縁材料は、内側と外側エンドコーン筐体間の空間周囲で動く傾向がある。この動きによって、絶縁材料が破断して離れ、絶縁体としての有効性を失う。

【００３４】

少なくとも部分的に結晶または微結晶であるセラミックファイバーは、汚染防止装置に用いるのに好適な温度まで繰り返し加熱して冷却することができる成形三次元絶縁体へと製造することができる。微結晶質または結晶質セラミックファイバーは、絶縁体の性能に負の影響を与えるさらに収縮するのに抵抗する傾向がある。

【００３５】

熱処理を行うセラミックファイバーについては、ファイバーの脆性は、低収縮特性と釣り合いをとることができる。結晶質または微結晶質材料セラミックファイバーは、アモルファスセラミックファイバーより脆性の傾向がある。結晶質または微結晶質セラミックファイバーから作成された絶縁材料は、アモルファスファイバーから作成された絶縁体よりも容易に破断し得る。一方、結晶質または微結晶質セラミックファイバーは、アモルファスセラミックファイバーよりも収縮が少ない傾向にある。

【００３６】

本発明の絶縁体は、実装密度が０．４ｇ／ｍｌの場合に、７５０ｋＮ／$m^2$以下、７００ｋＮ／$m^2$以下、６５０ｋＮ／$m^2$以下、６００ｋＮ／$m^2$以下、５５０ｋＮ／$m^2$以下、５００ｋＮ／$m^2$以下、４５０ｋＮ／$m^2$以下、４００ｋＮ／$m^2$以下、３００ｋＮ／$m^2$以下、２００ｋＮ／$m^2$以下または１００ｋＮ／$m^2$以下の圧縮値を有している。実装密度が０．４ｇ／ｍｌの場合、圧縮値は通常少なくとも５０ｋＮ／$m^2$であるが、実装密度が０．４ｇ／ｍｌより大きい場合には、低圧縮値を有する絶縁体を用いることができる。本明細書において、「実装密度」とは、固定空隙内の絶縁体の密度のことを指す（すなわち、絶縁体には一般的に圧力がかかっている）。ある実施形態において、圧縮値は、実装密度が０．４ｇ／ｍｌの場合、少なくとも７５ｋＮ／$m^2$または少なくとも１００ｋＮ／$m^2$である。例えば、圧縮値は５０～７５０ｋＮ／$m^2$、５０～５００ｋＮ／$m^2$、５０～３００ｋＮ／$m^2$、７５～４００ｋＮ／$m^2$、７５～３００ｋＮ／$m^2$、１００～４００ｋＮ／$m^2$または１００～３００ｋＮ／$m^2$の範囲とすることができる。絶縁体は、破断または分解することなく圧縮することができる。

【００３７】

絶縁体は、通常、可撓性である。本明細書において、「可撓性」という用語は、亀裂、破断または分解することなく、汚染防止装置のエンドコーン領域における内側と外側筐体間で合わせられる変形または湾曲した三次元形状を有する絶縁体のことを指す。可撓性絶縁体は、通常、厚さ方向に圧縮可能である。

【００３８】

本発明の第２の態様はまた、汚染防止装置のエンドコーン領域に用いるのに好適な寸法を有する成形三次元絶縁体を提供する。絶縁体は、ファイバーの重量に基づいて少なくとも２０重量パーセントのアルミナと少なくとも３０重量パーセントのシリカとを含有するセラミックファイバーを含む。セラミックファイバーは、微結晶質、結晶質またはこれらの組み合わせである。絶縁体は自立形でシームレスであり、実装密度が約０．４ｇ／ｍｌの場合に７５０ｋＮ／$m^2$以下の圧縮値を有している。好適なセラミックファイバーは上述してある。物品は、絶縁体の内側表面に取り付けられた、絶縁体の外側表面に取り付け

られた、またはこれらの組み合わせである汚染防止装置用エンドコーン筐体をさらに含むことができる。

【００３９】

成形三次元絶縁体は、まず、セラミックファイバーを含有する水性スラリーを調製することにより形成される。有機バインダーを、セラミックファイバーに加えて水性スラリー組成物に含めることができる。有機バインダーは、成形三次元絶縁体の完全性、可撓性および取扱い特性を改善する傾向がある。より可撓性の絶縁材料は、汚染防止装置の内側と外側エンドコーン筐体との間により簡単に配置させることができる。

【００４０】

有機バインダーは絶縁体の重量に基づいて２０重量パーセントまでの量で用いることができる。ある実施形態において、有機バインダーは、絶縁体の重量に基づいて１０重量パーセントまで、５重量パーセントまで、または３重量パーセントまでの量で存在する。有機バインダーは、一般的に、絶縁体を汚染防止装置が一般的に受けるような高温で用いられると、燃焼する。

【００４１】

好適な有機バインダー材料としては、水性ポリマーエマルジョン、溶剤系ポリマーおよび溶剤を含まないポリマーが挙げられる。水性ポリマーエマルジョンは、ラテックス形態の有機バインダーポリマーおよびエラストマー（例えば、天然ゴムラテックス、スチレン－ブタジエンラテックス、ブタジエン－アクリロニトリルラテックス、アクリレートおよびメタクリレートポリマーおよびコポリマーのラテックス）を含むことができる。溶剤系ポリマーバインダー材料は、アクリル、ポリウレタン、酢酸ビニル、セルロースまたはゴム系有機ポリマーのようなポリマーを含むことができる。溶剤を含まないポリマーとしては、天然ゴム、スチレン－ブタジエンゴムおよびその他エラストマーが挙げられる。

【００４２】

ある実施形態において、有機バインダー材料としては、水性アクリルエマルジョンが挙げられる。アクリルエマルジョンは、良好なエージング特性および非腐食性燃焼生成物が得られる傾向があり有利である。好適なアクリルエマルジョンとしては、これらに限られるものではないが、ローム・アンド・ハース（Ｒｏｈｍ　ａｎｄ　Ｈａｓｓ）（ペンシルバニア州フィラデルフィア（Ｐｈｉｌａｄｅｌｐｈｉａ，ＰＡ））より「ロープレックス（ＲＨＯＰＬＥＸ）ＴＲ－９３４」（固形分４４．５重量パーセントの水性アクリルエマルジョン）および「ロープレックス（ＲＨＯＰＬＥＸ）ＨＡ－８」（固形分４５．５重量パーセントの水性アクリルコポリマー）という商品名で、ＩＣＩレジンＵＳ（ＩＣＩ　Ｒｅｓｉｎｓ　ＵＳ）（マサチューセッツ州ウィルミントン（Ｗｉｌｍｉｎｇｔｏｎ，ＭＡ））より入手可能な「ネオクリル（ＮＥＯＣＲＹＬ）ＸＡ－２０２２」（固形分６０．５パーセントのアクリルの水性分散液）という商品名で、エアプロダクツ・アンド・ケミカル社（Ａｉｒ　Ｐｒｏｄｕｃｔｓ　ａｎｄ　Ｃｈｅｍｉｃａｌ，　Ｉｎｃ．）（ペンシルバニア州フィラデルフィア（Ｐｈｉｌａｄｅｌｐｈｉａ，ＰＡ））より「エアフレックス（ＡＩＲＦＬＥＸ）６００ＢＰ　ＤＥＶ」（固形分５５重量パーセントのエチレンビニルアクリレートターポリマーの水性エマルジョン）という商品名で販売されているような市販品が挙げられる。

【００４３】

有機バインダーはまた、可塑剤、粘着付与剤またはこれらの組み合わせを含むこともできる。可塑剤は、ポリマーマトリックスを軟化させる傾向があり、絶縁体の可撓性および成形性を向上させることができる。例えば、有機バインダーは、モンサント（Ｍｏｎｓａｎｔｏ）（ミズーリ州セントルイス（Ｓｔ．Ｌｏｕｉｓ，ＭＯ））より「サンティサイザ（ＳＡＮＴＩＣＩＺＥＲ）１４８」という商品名で市販されているイソデシルジフェニルジホスフェートのような可塑剤を含むことができる。粘着付与剤または粘着付与樹脂は、絶縁材料を保持するのを補助する。好適な粘着付与剤としては、「スノータック（ＳＮＯＷＴＡＣＫ）８１０Ａ」という商品名でエカノーベル社（Ｅｋａ　Ｎｏｂｅｌ　Ｉｎｃ．）（カナダ、トロント（Ｔｏｒｏｎｔｏ，Ｃａｎａｄａ））より市販されているものが挙

げられる。

【００４４】

水性スラリーは無機コロイド材料を含むことができる。無機コロイド材料は、無機バインダーとして、セラミックファイバーを水性スラリーから除去するのを促して成形三次元プリフォームを形成する凝集剤として、フィラー材料として、またはこれらの組み合わせとして作用できる。無機コロイドは、通常、クレイまたは金属水酸化物である。

【００４５】

用途によっては、無機コロイド材料はセラミックファイバーを存在させて形成される。無機コロイド材料は、１種類以上の水溶性前駆体を水性スラリーに添加することにより形成することができる。前駆体は反応して、例えば、水性スラリー中で金属酸化物を形成することができる。水性スラリー中に無機コロイド材料が形成されることによって、無機コロイドの凝集を最低限に抑え、無機コロイドをスラリーおよび得られるプリフォーム全体に均一に分配させるのを向上させる傾向がある。スラリーのｐＨは金属水酸化物を形成するほど十分に高くしなければならない。コロイド粒子のサイズは、例えば、ｐＨ、反応時間および温度、前駆体の濃度および前駆体の相対比を変更することにより変えることができる。スラリーのｐＨは一般的に少なくとも約３である。好適な無機コロイド材料としては、例えば、水酸化アルミニウム、水酸化ケイ素、水酸化チタン、水酸化イットリウムまたはこれらの組み合わせのような金属酸化物を挙げることができる。

【００４６】

無機コロイド金属酸化物の一例としては、アルカリ金属アルミン酸塩とアルミニウム塩の反応により形成された水酸化アルミニウムがある。より具体的には、水酸化アルミニウムは、例えば、アルミン酸ナトリウムと硫酸アルミニウム、リン酸アルミニウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウムまたはこれらの混合物の反応から形成することができる。他の例を挙げると、コロイド水酸化アルミニウムは、スラリーのｐＨを少なくとも約３に調整することにより硫酸アルミニウムから形成することができる。

【００４７】

無機コロイド材料は、通常、セラミックファイバーの重量に基づいて５０重量パーセント以下存在している。ある実施形態において、無機コロイド材料は、セラミックファイバーの重量に基づいて４０重量パーセント以下、３０重量パーセント以下、２０重量パーセント以下の量で存在している。例えば、水酸化アルミニウムコロイドは、セラミックファイバーの乾燥重量に基づいて１～２０重量パーセントの硫酸アルミニウムを１～２０重量パーセントの硫酸アルミニウムと混合することにより形成することができる。さらに具体的な実施例において、水酸化アルミニウムコロイドは、３～１５重量パーセントのアルミン酸ナトリウムを３～１５重量パーセントの硫酸アルミニウムと、または５～１２重量パーセントのアルミン酸ナトリウムを５～１２重量パーセントの硫酸アルミニウムと混合することにより形成することができる。さらに他の実施例において、水酸化アルミニウムコロイドは硫酸アルミニウムから形成することができる。例えば、水酸化アルミニウムコロイドは、セラミックファイバーの乾燥重量に基づいて１０～４０重量パーセントの水酸化アルミニウムまたは１５～３０重量パーセントの硫酸アルミニウムから形成することができる。各前駆体（例えば、硫酸アルミニウムまたはアルミン酸ナトリウム）のパーセントは前駆体の乾燥重量に基づいている。

【００４８】

無機コロイド材料は、セラミックファイバーを保持するバインダとして機能させることができる。ある用途において、無機バインダーは絶縁体の温度弾性を改善することができる。有機バインダーは一般的に、汚染防止装置が受けるような高温で分解する。無機バインダーのない絶縁体は、状況によっては、バラバラに壊れて、絶縁体としての有効性を失う恐れがある。

【００４９】

無機コロイド材料は、成形三次元絶縁体に均一に分配することができる。従って、絶縁体は、汚染防止装置のような絶縁体を含む物品の製造および使用中に無傷のままと考えら

れる。

【００５０】

ある実施形態において、物品は、成形三次元絶縁体と、汚染防止装置の１つまたは２つのエンドコーン筐体とを含んでいる。エンドコーン筐体は、絶縁体の内側表面近傍、外側表面近傍、または内側と外側表面の両近傍とすることができる（絶縁体は２つのエンドコーン筐体間に配置させることができる）。ある用途においては、エンドコーン筐体は絶縁体に取り付けられる。エンドコーン筐体は、摩擦力により取り付けられることが多い。

【００５１】

本発明の第三の態様は、汚染防止装置のエンドコーン領域に用いるのに好適な成形三次元絶縁体を含む物品の製造方法を提供する。本方法には、水性スラリーを調製し、水性スラリーから成形三次元プリフォームを透過成形ダイで真空成形し、プリフォームを乾燥して成形三次元絶縁体を製造することが含まれる。プリフォームを作製するのに用いる水性スラリーは、熱機械分析試験に基づいて１０パーセント以下のバルク収縮率を有するセラミックファイバーを含む。絶縁体は自立形であり、実装密度が０．４ｇ／ｍｌの場合に７５０ｋＮ／$m^2$以下の圧縮値を有している。

【００５２】

水性スラリーは、スラリーの重量に基づいて３０重量パーセントまでの固形分を含有していることが多い。例えば、スラリーは、スラリーの重量に基づいて２０重量パーセントまで、または１０重量パーセントまでの固形分を含有することができる。水性スラリーは、スラリーの重量に基づいて少なくとも１パーセントの固形分を含有していることが多い。例えば、スラリーは少なくとも２重量パーセントまたは少なくとも３重量パーセントの固形分を含有することができる。ある実施形態において、スラリーは１～１０、２～８または３～６重量パーセントの固形分を含有することができる。固形分が多いと、プリフォームを作製するのに水を除去する必要が少なくなるため有利である。しかしながら、固形分のパーセントの高いスラリーは混合し難い傾向がある。

【００５３】

スラリーに用いる水は、地下水、地表水または塩および有機化合物のような不純物を除去すべく処理された水とすることができる。地下水または地表水を水性スラリーに用いるときは、水中に存在する塩（例えば、カルシウムおよびマグネシウム塩）が無機バインダーとして機能し得る。ある実施形態において、水は、脱イオン水、蒸留水またはこれらの組み合わせである。

【００５４】

その他の添加剤もまた水性スラリー組成物に含めることができる。かかる添加剤としては、消泡剤、凝集剤、界面活性剤等を挙げることができる。強度向上剤は、例えば、有機ファイバーおよびガラスファイバー等を含むことができる。好適な有機ファイバーはレーヨンおよびセルロースファイバーを含む。

【００５５】

ある実施形態において、スラリーは膨張性材料を含まない。膨張性材料は、成形三次元絶縁体から分離できる傾向がある。絶縁体から離れると、膨張性材料は移動することができ、絶縁体またはモノリスに衝突する可能性がある。例えば、汚染防止装置のエンドコーン領域に用いると、膨張性材料は、汚染防止装置を含む車両が動いているときに、絶縁体またはモノリスに絶えず衝突する可能性がある。絶縁体は、かかる状況下においては、分解する傾向が増大する。分解が極度になると、物品は絶縁材料としてもはや機能し得ない。大きな異物が入口へ放出される場合には、モノリスは詰まり始める。

【００５６】

水性スラリーは、一般的に、まず、セラミックファイバーを水に添加し、よく混合することにより調製される。ある実施形態においては、低剪断ミキサーを用いる。セラミックファイバーを過剰に破断しない好適な混合方法を用いることができる。熱処理ファイバーは、熱処理していない相手方より容易に破断する傾向がある。微結晶であるセラミックファイバーは、大きな結晶サイズを有する熱処理済みセラミックファイバーより破断し難い

傾向がある。

【００５７】

水性スラリー組成物中のセラミックファイバーは、通常、４０ｍｍ以下の平均長さを有している。ある実施形態において、平均長さは３０ｍｍ以下、２５ｍｍ以下、２０ｍｍ以下、１５ｍｍ以下または１０ｍｍ以下である。平均長さは、一般的に０．５ｍｍより大きい。ある実施形態において、平均長さは１ｍｍより大きい、または２ｍｍより大きい。例えば、平均ファイバー長さは０．５ｍｍ～４０ｍｍ、０．５ｍｍ～２５ｍｍまたは１ｍｍ～４０ｍｍとすることができる。

【００５８】

好適なセラミックファイバーの平均直径は、２０ミクロン以下であることが多い。ある実施形態において、平均直径は１０ミクロン以下、または８ミクロン以下である。平均直径は、一般的に、０．５ミクロン、１ミクロンまたは２ミクロンより大きい。

【００５９】

水性スラリーの成分は任意の順番で添加できるが、有機バインダーはセラミックファイバーの水性スラリーが形成された後添加されることが多い。無機コロイド材料または無機コロイド材料の前駆体は、有機バインダーが水性スラリーに添加された後に添加することができる。無機コロイド材料を形成する反応中、コロイド材料が確実にスラリー全体に均一に混合されるよう混合を続ける。

【００６０】

業界に知られた任意の好適な種類の成形技術または鋳型を用いてプリフォームを作成することができる。場合によっては、成形三次元プリフォームは真空成形技術を用いて作製することができる。透過成形ダイをスラリー中に配置する。スラリー中の固形分は、真空に引くときに成形ダイの表面に堆積する。場合によっては、成形ダイをスラリーから取り外して、成形ダイと同じ形状を有する形状保持装置と結合することができる。堆積したセラミックファイバーは、成形ダイと形状保持装置との間に配置される。形状保持装置および成形ダイをプレスして、水をさらに除去し、比較的平滑な表面と比較的均一な厚さを有するプリフォームを作製することができる。形状保持装置または成形ダイは、雄成形部とすることができる（すなわち、成形ダイが雄成形部の場合には、形状保持装置は雌成形部であり、成形ダイが雌成形部の場合には、形状保持装置は雄成形部である）。

【００６１】

透過成形ダイは、例えば、スクリーンを含むことができる。スクリーンサイズは、スクリーンを液体成分は通過するがセラミックファイバーは通過しないように選択する。例えば、スクリーンは２０（約８５０ミクロン）～８０メッシュ（約１８０ミクロン）のサイズ範囲、または３０（約６００ミクロン）～８０メッシュのサイズ範囲とすることができる。メッシュサイズが細かすぎると、スクリーンはすぐ目詰まりしてしまう。メッシュサイズが大きすぎると、スクリーンはセラミックファイバーを保持しない（すなわち、プリフォームが形成できない）。通常の操作条件下では、真空を引くとスラリーからの固形分がスクリーンに堆積する。

【００６２】

プリフォームを乾燥すると成形三次元絶縁体を形成することができる。プリフォームがかなり硬い場合には、支持なしで乾燥させることができる。すなわち、成形ダイで形成した後、プリフォームをさらに乾燥するためにダイから取り外すことができる。ある実施形態において、成形ダイ、形状保持装置またはこれらの組み合わせにより支持しながらプリフォームを乾燥する。この追加の支持によって、乾燥して硬くなるまでプリフォームが壊れるのを防ぐ。プリフォームは業界に公知の任意の方法を用いて乾燥することができる。例えば、プリフォームはオーブン中または室温で乾燥することができる。オーブン中で乾燥するとき、温度は約２００℃までとすることができる。ある用途において、乾燥温度は約１５０℃まで、または約１２５℃までとすることができる。

【００６３】

ある用途において、成形ダイと接触させながらプリフォームは乾燥することができる。

空気または窒素の流れを、乾燥プロセスの一部として成形ダイに流すことができる。成形ダイを流れる空気または窒素は室温または高温とすることができる。追加の空気または窒素を、成形ダイと接触する表面の逆のプリフォームの外側表面を通過または衝突させることができる。

【００６４】

ある用途において、成形プロセスは、その開示内容がここに参考文献として組み込まれる米国特許第５，０７８，８２２号明細書および同第６，５９６，１２０　Ｂ２号明細書に開示されているものと同様のものとすることができる。三次元プリフォームは、複合ダイおよび形状保持装置を含むダイアセンブリを用いて作成することができる。複合ダイは、透過成形ダイであり、通常、内側骨格と外側シェルを含んでいる。内側骨格は、真空引きおよびダイ全体に真空を分配するために、内部に真空システムを有していた。成形ダイの外側シェルはスクリーンを有している。例えば、スクリーンのメッシュサイズは２０～８０メッシュである。複合成形ダイは透過性である。ダイアセンブリは、複合成形ダイが形状保持装置から分離されるようにスラリーに配置することができる。

【００６５】

真空を複合成形ダイに接続することができ、セラミックファイバーを含む層を成形ダイに析出させることができる。堆積層の外側寸法（すなわち、プリフォームの外側寸法）は、得られる絶縁体が配置される汚染防止装置のエンドコーン領域用の外側筐体の内側寸法に少なくとも等しい、そうでない場合にはこれよりやや大きくすることができる。湿潤条件で、ダイ支持プリフォームは、形状保持装置に挿入することができる（例えば、形状保持装置は汚染防止装置の外側エンドコーン筐体とすることができる）。成形ダイは、プリフォームが形状保持装置に部分的に挿入されるところから、またはプリフォームが形状保持装置と完全に接触しているときは、取り外すことができる。ある用途において、プリフォームは成形ダイにより支持されたまま形状保持装置と接触する。

【００６６】

あるいは、複合成形ダイは、形状保持装置に合うプリフォームを作成する寸法および形状を有することができる（例えば、形状保持装置は汚染防止装置の内側および外側エンドコーン筐体とすることができる）。湿潤条件で、成形ダイ支持プリフォームを形状保持装置へ挿入することができる。ダイは、プリフォームが形状保持装置に部分的に挿入されるところから、またはプリフォームが形状保持装置と完全に接触しているときは、取り外すことができる。ある用途において、プリフォームは成形ダイにより支持されたまま形状保持装置と接触する。

【００６７】

プリフォームに圧力を印加して、プリフォームと形状保持装置との間の接触のレベルを増大することができる。すなわち、プリフォームを形状保持装置に圧着することができる。プリフォームは、成形ダイに適用された真空を外す、空気または窒素を透過成形ダイに適用する、または業界に知られたその他の方法により成形ダイを取り外すことにより、形状保持装置に移動することができる。成形ダイを取り外した後、プリフォームと形状保持装置の組み合わせをオーブンに配置して、プリフォームから水を蒸発させることができる。

【００６８】

成形ダイと形状保持装置との間に配置されたプリフォームに圧力を印加すると、プリフォームは形状保持装置に圧着することができる。ある用途において、プリフォームは、形状保持装置内で乾燥して、例えば、摩擦により、形状保持装置に取り付けられた絶縁体を作成することができる。例えば、汚染防止装置の内側または外側コーン筐体に取り付けられた絶縁体を作成することができる。

【００６９】

プリフォームを形状保持装置に圧着することにより、比較的平滑な表面を有する絶縁体が形成できる。すなわち、プリフォームを形状保持装置へプレスすることにより作成された絶縁体は、一般的に、成形ダイのみを用いて作製された絶縁体より平滑である。さらに

、プリフォームおよび得られる絶縁体の厚さ均一性は、一般的に、プリフォームを形状保持装置に圧着することにより改善することができる。

【００７０】

プリフォームを形状保持装置に圧着することによってまた、きれいな端部を備えた絶縁体が形成できる。すなわち、圧力の印加によって、プリフォーム端部でセラミックファイバーを剪断して、形状保持装置の端部を超えて延在するセラミックファイバーの数が減じる。

【００７１】

ある用途において、追加の無機バインダーを、成形三次元絶縁体表面に適用して、さらに絶縁体を剛性とすることができる。例えば、追加の無機バインダー溶液を、乾燥前または後に、三次元形状の内側または外側表面に適用することができる。好適な追加の無機バインダーとしては、例えば、アルミナゾル、チタニアゾル、ジルコニアゾル、コロイドシリカ懸濁液、クレイ、炭化ケイ素懸濁液のような耐火コーティング、またはアルミニウムやリン酸塩の溶液が挙げられる。追加の無機バインダーは、通常、可撓性がありコンフォーマルな絶縁体を与える量で添加される。追加の無機バインダーが多すぎると、絶縁体は剛性になりすぎてしまい（すなわち可撓性でなくなり）、圧縮できなくなる（すなわち実装密度約０．４ｇ／ｍｌで圧縮値が７５０ｋＮ／$m^2$を超える）。追加の無機バインダーは、通常、プリフォームまたは絶縁体の乾燥重量基準で１０重量パーセントまでの量でプリフォーム表面に添加できる。例えば、追加の無機バインダーは、プリフォームまたは絶縁体の乾燥重量基準で５重量パーセントまで、３重量パーセントまで、または１重量パーセントまでの量で表面に添加できる。

【００７２】

その他の用途において、追加のバインダーまたは材料は、絶縁体の内側表面、絶縁体の外側表面、またはこれらの組み合わせへのコーティングとして適用することができる。かかるコーティングの適用によって、絶縁体の平滑度が改善される、絶縁体の摩擦が減じる、汚染防止装置のエンドコーン領域の内側と外側筐体との間の絶縁体の配置の容易性が改善される、またはこれらの組み合わせがなされる。有機コーティングとしては、例えば、ポリオレフィン材料またはアクリル材料が挙げられる。

【００７３】

絶縁体の厚さは用途によって異なる。厚さは、休止時間や真空レベルのような変数に影響される。休止時間（すなわち成形ダイが真空条件下でスラリー中にいる時間の長さ）が長いと、一般的に、厚いプリフォームおよび絶縁体が形成される。同様に、同じ休止時間で真空が強いと、厚いプリフォームおよび絶縁体が形成される。汚染防止装置のエンドコーン領域において絶縁体として用いるときは、絶縁体の厚さは一般的に１ｍｍ～２５ｍｍの範囲である。ある実施形態において、厚さは形状全体に均一である。厚さの均一性は、セラミックファイバーのサイズに影響される（すなわち、セラミックファイバーが小さいと、より均一な厚さのプリフォームが作成される）。かなり均一な厚さの絶縁体は、汚染防止装置のエンドコーン領域において外側と内側筐体との間に、より簡単に配置させることができる。

【００７４】

成形三次元絶縁体のバルク密度（すなわち、圧力のない密度）は、絶縁体を作成するのに用いるプロセスに応じて異なる。バルク密度は、一般的に、０．１～０．４ｇ／ｍｌの範囲である。ある実施形態において、絶縁体のバルク密度は０．１５～０．３、０．２～０．４または０．２～０．３ｇ／ｍｌである。

【００７５】

本発明の第四の態様は、汚染防止装置のエンドコーン領域に用いるのに好適な成形三次元絶縁体を含む物品の製造方法を提供する。本方法には、水性スラリーを調製し、水性スラリーから成形三次元プリフォームを透過成形ダイで真空成形し、プリフォームを乾燥して成形三次元絶縁体を製造することが含まれる。プリフォームを作成するのに用いる水性スラリーは、少なくとも２０重量パーセントのアルミナと少なくとも３０重量パーセント

のシリカとを含有するセラミックファイバーを含む。セラミックファイバーは、微結晶質、結晶質またはこれらの組み合わせとすることができる。絶縁体は自立形であり、実装密度が０．４ｇ／ｍｌの場合に７５０ｋＮ／$m^2$以下の圧縮値を有している。

【００７６】

成形三次元絶縁体の製造方法を用いて、シームレス物品またはシームのある物品を作成することができる。ある実施形態において、物品はシームレスである。本明細書において、「シームレス」という用語は、絶縁材料にカットまたはノッチを入れる等、絶縁体を形成する材料が分離されたり切れ目のない成形三次元絶縁体のことを指す。すなわち、シームレス絶縁体には、ノッチ、カット、または応力を緩和する絶縁体の一部を通して形成されたその他分離部分がない。図２および３は、シームレスの成形三次元絶縁体の斜視図である。物品表面にある線は、三次元形状を示すための陰影である。

【００７７】

他の実施形態において、シームのある絶縁体を作成することができる。本明細書において、「シーム」という用語は、絶縁材料中のカットまたはノッチによる等材料の分離を指す。シームは、例えば、応力を緩和したり、キャンニングプロセス中、絶縁体のコンフォーマル性を高めるために用いることができる（すなわち、ある用途においては、シームは汚染防止装置の外側および内側エンドコーン筐体間に絶縁体を配置する能力を改善することができる）。シームは、絶縁体の厚さの一部、または絶縁体の全厚に延在させることができる。

【００７８】

前述の説明を利用可能とするために発明者により予測された実施形態について本発明を説明してきたが、本発明の現在予測されていない修正も等価物を表す。

【実施例】

【００７９】

試験方法

バルク収縮率

セラミックファイバー塊のバルク収縮率を、チャートレコーダを有するシータダイラトロニックＩＩサーマルアナライザ（Ｔｈｅｔａ　Ｄｉｌａｔｒｏｎｉｃ　ＩＩ　Ｔｈｅｒｍａｌ　Ａｎａｌｙｚｅｒ）、型番ＭＦＥ－７１５（ニューヨーク州ポートワシントンのシータインダストリー社（Ｔｈｅｔａ　Ｉｎｄｕｓｔｒｉｅｓ，　Ｉｎｃ．，Ｐｏｒｔ　Ｗａｓｈｉｎｇｔｏｎ，ＮＹ）より入手）を用いて熱機械分析（ＴＭＡ）により求めた。ファイバー試料を、直径１１ｍｍの円形ダイを用いて切断し、炉のプラテンに置いた。１３５０グラムの重りを支持する直径７ｍｍの水晶ロッド（長さ約３５．６ｃｍ）を試料の上に置き、炉を閉じた。これは、試料に加えられた約５０ｐｓｉ（３４５ｋＮ／$m^2$）の荷重に対応する。１５℃／分のレートで１０００℃まで加熱する前に、重りを加えた試料を約５分間安定化させた。オーブンが１０００℃に達した後、炉をオフにして室温まで冷却した。試料を炉内で冷却した。ロッドの端部とプラテンとの間の空隙として測定した試料の厚さを、加熱および冷却サイクルの両方の間にチャートレコーダでプロットした。加熱サイクル中７５０℃で記録した厚さ（Ｔ１）と、冷却サイクル中７５０℃で記録した厚さ（Ｔ２）から収縮パーセントを計算した。バルク収縮次のようにして計算した。

％バルク収縮率＝［（Ｔ１－Ｔ２）／Ｔ１］×１００。

【００８０】

有機バインダー材料有り、または無しの試料にＴＭＡ試験を用いた。有機材料は、通常、約５００℃で燃えた。加熱サイクル中、７５０℃で測定した試料の厚さは、実質的に、無機バインダーおよび粒子（存在する場合には）を有するファイバーの塊の厚さである。試料をさらに加熱すると、７５０℃で測定した厚さが加熱サイクル中の試料の厚さより薄い場合には、冷却サイクル中、１０００℃までで生じるファイバーの収縮は明らかとなる。

【００８１】

圧縮率

圧縮率は、室温（約２０℃～約２５℃）での固定空隙内の絶縁材料の圧縮に対する抵抗性の尺度であり、単位面積当たりの力、ｋＮ／ｍ$^2$（キロニュートン／メートル$^2$）で表される。ＭＴＳシステムズコープ（ノースカロライナ州リサーチトライアングルパーク）（ＭＴＳ Ｓｙｓｔｅｍｓ Ｃｏｒｐ （Ｒｅｓｅａｒｃｈ Ｔｒｉａｎｇｌｅ Ｐａｒｋ，ＮＣ））製圧縮試験機で約３．８ｃｍ×３．８ｃｍの絶縁材料の正方形試料で試験を行った。試験機は、静置下部プラテンと、荷重計に取り付けられた上部プラテンとを有していた。試料を下部プラテンに置き、上部プラテンを３０．４８ｃｍ／分のレートで、所望の実装密度により求められた固定空隙まで下げた。絶縁材料は、上部プラテンが、試料を圧縮する際の実装密度のために設定された空隙にまず達したときに、尖頭力を示した。プラテンを停止し、１５秒間その点で保持し、その間、絶縁材料を弛緩させ、その力を減じた。本明細書において、「圧縮値」という用語は、１５秒間保持した後に測定した圧縮力のことを指す。圧縮力値は実装密度に依存している。

【００８２】

実装密度は、汚染防止装置の二重壁エンドコーンにある２つの入れ子同心コーン筐体の間に一般的にあるような限定された空隙内の絶縁材料（すなわち、絶縁材料に圧力がかかっている）の密度である（すなわち、エンドコーン領域は、一般的に、内側エンドコーン筐体と外側エンドコーン筐体との間に配置された絶縁体を含んでいる）。エンドコーン筐体とは、汚染防止装置のエンドコーン領域にある筐体のことを指す。２つのエンドコーン筐体の間に配置された絶縁体の実装密度は、必ずしもではないが、通常、絶縁体全体に均一である。実装密度（グラム／ｍｌ）は、ｃｍの空隙で除算したグラム／ｃｍ$^2$での絶縁材料の坪量として計算される。坪量は、絶縁体の既知の面積を切断し、秤量することにより求められる。

【００８３】

二重壁エンドコーンを有する汚染防止装置のアセンブリにおいて、絶縁体は、外側エンドコーン筐体の内側表面に対して配置でき、内側エンドコーン筐体の外側表面は絶縁体に対して配置できる。あるいは、絶縁体は、内側エンドコーン筐体の外側表面に配置でき、絶縁体は外側エンドコーン筐体の内側表面に対して配置できる。２つのエンドコーン筐体をプレスすると、内側と外側エンドコーン筐体間で絶縁体が圧縮される。内側および外側エンドコーン筐体は、一般的に、コーンの小さなエンドで溶接される。これによって、２つのエンドコーン筐体間の空隙内で絶縁体がさらに圧縮されて、一般的に、エンドコーン筐体をまず溶接するときに、２つの筐体に対して絶縁体により生じる単位面積当たりの最大の力となる。短時間で、絶縁体は、内側と外側筐体間で弛緩されて、筐体に対して低圧力を出す。減圧は使用中に絶縁体を適所に保持するのに十分なものである。

【００８４】

ＲＣＦＴ（実条件備品試験）

ＲＣＦＴは、通常の使用中に金属汚染防止装置の二重壁エンドコーンの空隙にある条件をモデル化したものであり、モデル化された条件下で装置の内側と外側エンドエンドコーン筐体間に実装されたものとしての絶縁材料により生じた圧力を測定した。絶縁材料を、２枚の５０．８ｍｍ×５０．８ｍｍのステンレス鋼プラテン間に配置し、絶縁材料が実装密度０．４ｇ／ｍｌとなるようにプラテンを閉じた。プラテンを独立制御して、異なる温度まで加熱し、使用中汚染防止装置の冷たい周囲空気に晒される外側エンドコーン筐体の温度と、熱い排気ガスに晒される内側エンドコーン筐体の温度をシミュレートした。プラテンを、以下の表４に示す設定点温度まで加熱した。それぞれの温度での内側および外側エンドコーン筐体の熱膨張係数から計算した値により、プラテン間の空隙を減じ、増やした。第１のプラテン（すなわち、プラテン１）で約４５０℃まで温度を上げるにつれて、空隙を非常に僅かに減じて、内側エンドコーン筐体が熱排気ガスに近づく僅かに高い膨張をシミュレートした。温度を上げ続けると、第２のプラテン（すなわち、プラテン２）で金属が膨張にするにつれて空隙が僅かに増えた。内側エンドコーン筐体をシミュレートしているプラテン１と、外側エンドコーン筐体をシミュレートしているプラテン２のプラテンの温度を表４に示す。実装材料が出す圧力を、ＭＴＳシステムズ、ノースカロライナ州

、リサーチトライアングルパーク（ＭＴＳ　Ｓｙｓｔｅｍｓ　Ｃｏｒｐ．，　Ｒｅｓｅａｒｃｈ　Ｔｒｉａｎｇｌｅ　Ｐａｒｋ，ＮＣ）より入手した伸び計を備えたシンテック（Ｓｉｎｔｅｃｈ）ＩＤコンピュータ制御の荷重フレームを用いて測定した。好適な絶縁体は、通常、加熱および冷却サイクル中、圧力が最も低いと考えられるとき、特に、プラテンを９００℃および５３０℃で保持したときの１５分間、空隙内で圧力を出す。

【００８５】

実施例１

９５．５重量パーセントの水、２．９５重量パーセントのセラミックファイバー、０．９５重量パーセントのアルミン酸ナトリウムおよび０．６重量パーセントの活性硫酸アルミニウム（５０％硫酸アルミニウム溶液の形態で添加）を含有するスラリーを５ガロンのプラスチックライニングドラムで調製した。工業等級の低剪断ミキサーを低速で用いて、ミキサーの攪拌速度を増やしながら、セラミックファイバーを分散し、ファイバーの大きな塊を引き離しながら、ドラム中で地下水１５．４リットル（ｌ）にセラミックファイバーを徐々に加えた。セラミックファイバーを全て加えたら、アルミン酸ナトリウムを加え、約３分間混合した。硫酸アルミニウム溶液を徐々に加え、スラリーが均一になるまでスラリーをさらに５分間混合した。

【００８６】

本実施例の調製に用いたセラミックファイバーは、「カオウール（ＫＡＯＷＯＯＬ）ＨＡ－ＢＵＬＫ」という商品名でサーマルセラミックス（Ｔｈｅｒｍａｌ　Ｃｅｒａｍｉｃｓ）（ジョージア州オーガスタ（Ａｕｇｕｓｔａ，ＧＡ））より市販されているアルミノシリケートファイバーであった。このセラミックファイバーの組成は約５０％のアルミナと５０％のシリカであった。ファイバーを熱処理すると、ＴＭＡ試験により求めたバルク収縮率は４．５％であった。バルクファイバーを約３分間１０６０℃で加熱すると十分量の熱処理がなされた。熱処理ファイバーの平均直径は約３ミクロン、平均長さは約１０ｍｍ未満であった。ｘ線回折を用いて分析すると、放射線源として銅$K_{\alpha}$を用いて約２２．５度の２θ角度で広いピークが得られた。ファイバーは結晶領域を含んでいたが、結晶サイズは狭い回折ピークとなるほど十分に大きくはなかった。熱処理のない同じファイバーのバルク収縮率は約４７％でありアモルファスであった。

【００８７】

真空システムに取り付けられた成形ダイのスクリーン側を均一に混合されたスラリーに浸漬することによりプリフォームを形成した。ダイは、５０－メッシュスクリーンにより形成された楕円の円錐部分を有しており、プリフォームは上下に開いた楕円の円錐台の形状を有していた。コーン上部の開口部は、直径が約１０．５ｃｍ×３．８ｃｍの楕円であり、コーン下部の開口部は、直径が約１２．１ｃｍ×４．３ｃｍの楕円であった。コーンの高さは約７ｃｍであった。プリフォームの壁の厚さは、選択したプロセス条件に応じて、約１．５～１５ｍｍの範囲であった。浸漬時間および真空レベルを変えると、試料厚さおよび坪量を変更して、最終用途に合わせることができた。

【００８８】

所望の壁の厚さが得られたら、プリフォームの取り付けられたダイをスラリーから取り出して、プリフォームをビニール袋でカバーした。ビニール袋は、プリフォームの材料を適所に保持する二部鋳型の雌部分をシミュレートするものであった。プリフォームが比較的硬くなり、水の大半がなくなるまで、真空をさらに数秒続けた。真空を止め、ダイに圧縮空気に流してプリフォームを剥すことにより、プリフォームを慎重にダイから取り外した。

【００８９】

プリフォームは自立形であった（すなわち、表面に配置すると、プリフォームは壊れたり変形することなく実質的にその形状を維持した）。プリフォームを１５０℃で４０分間オーブン中で乾燥して、汚染装置のコーン領域を絶縁するのに好適な円錐形三次元絶縁体を形成した。得られた絶縁体は自立形であった（すなわち、絶縁体は平表面に配置したとき壊れることなく自身の重量を支持できた）。絶縁体を手で厚さ方向に軽く圧縮してから

離すと、僅かに弾性であった（すなわち、圧縮力がファイバーの破砕強度を超えない限りは、元の厚さまでは必ずしも戻らないものの、絶縁体の厚さは弾性戻りする傾向がある）。

【００９０】

実施例２

約１７８リットルの地下水を、中－高速で操作されるインラインプロペラミキサを備えたステンレス鋼混合タンクに添加することにより、スラリーを調製した。分散液を維持し、ファイバーの大きな塊を破断して離すために、ミキサーの速度を最大レベルまで増大しながら、徐々に５．７ｋｇの熱処理済みセラミックファイバー（実施例１に記載したもの）を加えた。１．１ｋｇのラテックス（ペンシルバニア州フィラデルフィアのエアプロダクツ（（Ｐｈｉｌａｄｅｌｐｈｉａ，ＰＡ，Ａｉｒ　Ｐｒｏｄｕｔｓ）より「エアフレックス（ＡＩＲＦＬＥＸ）６００ＢＰ」という商品名で販売されている５５重量パーセント固形分のエチレンビニルアクリレートターポリマーの水性エマルジョン）を加え、約５分間混合した。ラテックス添加後、固形分５０％水溶液中１．９ｋｇの活性硫酸アルミニウムを添加し、地下水をさらに１７８リットル添加し、消泡剤（ドイツのヘンケル（Ｈｅｎｋｅｌ，Ｇｅｒｍａｎｎｙ）より「フォーマスタ（ＦＯＲＭＡＳＴＥＲ）ＩＩＩ」という商品名で市販）９０．７グラムを添加した。スラリーを均一になるまで約１０分間混合し、プラスチックライニングの５５ガロン（２０８リットル）のドラムに汲み上げた。乾燥重量基準で（すなわち水なしで）、組成は７８重量パーセントの熱処理済みセラミックファイバー、８重量パーセントのラテックス、１３重量パーセントの硫酸アルミニウムおよび１重量パーセントの消泡剤であった。

【００９１】

ドラム中のスラリーをミキサーで再び混合し、空気でパージして均一な分散液を形成した。複合成形ダイをスラリーに沈め、所望の厚さ、重量および密度が得られるまで、ダイにスラリーから固体を析出させることによりスラリーから円錐プリフォームを作製した。十分な固体がスラリーからダイに堆積し、プリフォームを乾燥すると、目標厚さ約８．０～９．０ｍｍ、目標重量約３０グラム、目標密度約０．２０ｇ／ｍｌの絶縁体が形成された。

【００９２】

複合成形ダイ構造は、内側骨格と外側シェルを含んでいた。内側骨格は、真空引きおよびダイ全体に真空を分配するために、内部に真空システムを有していた。成形ダイの外側シェルは、６．４５平方センチメートル当たり９００個の開口部を有するオープンスクリーンを有していた。外側シェルは、汚染防止装置の二重壁エンドコーンの内側エンドコーン筐体の外側表面の形状およびサイズを有していた（すなわち、外側シェルは、汚染防止装置のエンドコーン領域の内側エンドコーン筐体に対応する形状を有していた）。

【００９３】

まだ湿っているプリフォームを成形ダイから外し、室温で一晩乾燥して絶縁体を形成した。あるいは、プリフォームはオーブン中で、またはその他公知の乾燥手順により乾燥することができた。

【００９４】

得られた絶縁体は、上部に直径約５．５ｃｍの円形開口部と、下部に直径１５ｃｍ×１０ｃｍの楕円開口部とを備えた円錐台の形状を有していた。絶縁体の高さは約４．５ｃｍ、厚さは約８．２ｃｍであった。自立形絶縁体は撓み性があり（すなわち、絶縁体は破断して離れたり亀裂が入ったりすることなく軽く曲げたり撓ませることができた。撓み性のある絶縁体は可撓性である）、弾性があった。絶縁体のバルク収縮率は約４．５％であった。絶縁材料の圧縮率を試験した。データを表１に示す。値は各試料での３回の試験の平均である。

【００９５】

【表１】

表１－実施例２についての様々な実装密度での圧縮力

| | 坪量 ($g/m^2$) | 実装密度 (g/ml) | 空隙 (cm) | 尖頭力 ($kN/m^2$) | １５秒力 ($kN/m^2$) |
|---|---|---|---|---|---|
| 試料１ | 1822 | 0.3 | 0.533 | 157 | 78 |
| 試料２ | 1822 | 0.4 | 0.455 | 322 | 161 |
| 試料３ | 1822 | 0.5 | 0.363 | 596 | 293 |

【００９６】

実施例３

ダイアセンブリを用いて実施例２のスラリーからプリフォームを作成し、汚染防止装置の二重壁エンドコーンの外側エンドコーン筐体（すなわち、汚染防止装置の外側エンドコーン筐体）内にプリフォームを形成した。このプリフォームのダイアセンブリは、複合成形ダイおよび形状保持装置を含んでいる。複合成形ダイ構造は、内側骨格と外側シェルを有している。形状保持装置は、汚染防止装置の外側エンドコーン筐体である。複合ダイは、複合成形ダイの外側シェルが、汚染防止装置のエンドコーン領域に用いられる内側エンドコーン筐体よりも全ての寸法においてやや小さい以外は、実施例２で記載したものと同様である。この小さい成形ダイによって、形状保持装置と同じ外側寸法だが、大きな成形ダイで製造されるよりも壁の厚いプリフォームが形成できる。形状保持装置は、アセンブリをスラリーに浸し、成形ダイにおいて真空に引くときに、スラリーが形状保持装置と成形ダイとの間の空間に容易に移動できるよう複合成形ダイに対して配置されている。プリフォームの所望の厚さおよび密度が得られたら、真空を止め、アセンブリ全体をスラリーから持ち上げて出す。プリフォームを成形ダイにより支持されたまま形状保持装置に挿入する。次に、成形ダイから空気を流して、プリフォームをダイから外し、プリフォームを形状保持装置に押し付ける。プリフォームは、形状保持装置に圧着させることができる。圧着を用いて、きれいな端部を備えた絶縁体を作製することができる。プリフォームを成形ダイと形状保持装置間でプレスすると、セラミックファイバーが端部で剪断できる。すなわち、エンドコーン絶縁体のエンドまたは端部周辺に過剰のファイバーがない。

【００９７】

形状保持装置中、または形状保持装置から外した後にプリフォームを乾燥することができる。プリフォームを室温（約２０℃～約２５℃）で一晩乾燥すると、壁の寸法が厚い以外は、実施例２の絶縁体と同様の寸法および外観を有する絶縁体を形成することができる。エンドコーン絶縁体は自立形で、撓み性があり、弾性がある。厚さが厚くなることによって、汚染防止装置を組み立てるとき絶縁体は圧縮され、絶縁体は圧縮をいくらか保持して、使用中適所に保持される。

【００９８】

実施例４

組成が３５６リットルの水、５．７ｋｇの熱処理済みセラミックファイバー、１．０７ｋｇのラテックス（エアフレックス（ＡＩＲＦＬＥＸ）６００ＢＰ）、１．２ｋｇの活性硫酸アルミニウムの固形分５０％水溶液および９０．７グラムの消泡剤（フォーマスター（ＦＯＡＭＳＴＥＲ）ＩＩＩ）であった以外は、実施例２に記載した手順に従ってスラリーを調製した。乾燥重量基準で（すなわち水なしで）、組成は８２重量パーセントの熱処理済みセラミックファイバー、８重量パーセントのラテックス、９重量パーセントの硫酸アルミニウムおよび１重量パーセントの消泡剤であった。複合成形ダイが汚染防止装置のエンドコーン領域において内側エンドコーン筐体の外側表面と略同じ寸法であった以外は、実施例３に記載した手順に従ってプリフォームを作製した。形状保持装置を実施例３に

記載したように用いた。プリフォームを、同様に、一晩空気乾燥させて、絶縁体を形成した。

【００９９】

コーン形状絶縁体の壁厚さが約８．２ｍｍであり、絶縁体の内側寸法が汚染防止装置のエンドコーン領域の内側エンドコーン筐体の外側表面と略同じであった以外は、絶縁体の外観および寸法は実施例３と同様であった。自立形絶縁体は撓み性があり弾性があった。バルク収縮率は約４．５％であった。圧縮率試験結果を表３に示す。

【０１００】

【表２】

表２－実施例４についての様々な実装密度での圧縮力

| | 坪量 ($g/m^2$) | 実装密度 (g/ml) | 空隙 (cm) | 尖頭力 ($kN/m^2$) | １５秒力 ($kN/m^2$) |
|---|---|---|---|---|---|
| 試料１ | 1599 | 0.3 | 0.533 | 181 | 88 |
| 試料２ | 1599 | 0.4 | 0.399 | 358 | 178 |
| 試料３ | 1599 | 0.5 | 0.320 | 638 | 315 |

【０１０１】

実施例５

９６．２重量パーセントの水、２．９７重量パーセントの熱処理済みセラミックファイバー（実施例１に記載）、０．２４重量パーセントのアルミン酸ナトリウム、０．３重量パーセントのラテックス（エアフレックス（ＡＩＲＦＬＥＸ）６００ＢＰラテックス）および０．３重量パーセントの固形分５０％水性活性硫酸アルミニウムを含有するスラリーを、インラインプロペラミキサーを備えたステンレス鋼混合タンクにて調製した。スラリーは約１８３．６ｌ（４８．５ガロン）の地下水を含んでいた。ミキサーを中～高速で攪拌させて、アルミン酸ナトリウムを加えた。セラミックファイバーを徐々に添加し、ミキサー速度を最大レベルまで上げて、ファイバーを分散させ、大きなファイバーの塊を壊し続けた。ファイバー分散後、ラテックスを添加し、約５分間混合した。次に、硫酸アルミニウム溶液を徐々に加え、均一になるまでスラリーを約１０分間混合した。実施例２の手順に従って絶縁体を作成した。自立形絶縁体は撓み性があり、弾性があって、バルク収縮率は約４．５％であった。絶縁材料の圧縮率を様々な実装密度および様々な坪量で試験した。結果を表３に示す。

【０１０２】

【表３】

表３－実施例５についての様々な実装密度での圧縮力

| | 坪量 ($g/m^2$) | 実装密度 (g/ml) | 空隙 (cm) | 尖頭力 ($kN/m^2$) | １５秒力 ($kN/m^2$) |
|---|---|---|---|---|---|
| 試料１ | 1807 | 0.2 | 0.904 | 22 | 16 |
| 試料２ | 1862 | 0.4 | 0.465 | 258 | 157 |
| 試料３ | 1883 | 0.6 | 0.315 | 824 | 451 |
| 試料４ | 1827 | 0.8 | 0.229 | 1930 | 1043 |
| 試料１ | 1807 | 0.4 | 0.452 | 258 | 156 |
| 試料１ | 1807 | 0.6 | 0.302 | 812 | 460 |
| 試料１ | 1807 | 0.8 | 0.226 | 1785 | 1011 |

【０１０３】

実施例５のエンドコーンは、実条件備品試験を用いてさらに評価した。結果を表４に示す。３つの加熱および冷却サイクルについて２つのプラテン間の空隙において圧力を維持した。

【０１０４】

【表４】

| 表４－実施例５についてのＲＣＦＴ結果 | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 温度(℃) | | 圧力(kN/m²) | | |
| プラテン１ | プラテン２ | サイクル１ | サイクル２ | サイクル３ |
| 25 | 25 | 157.73 | 92.69 | 89.39 |
| 100 | 25 | 134.6 | 90.34 | 86.99 |
| 150 | 30 | 130.91 | 88.74 | 86.08 |
| 200 | 35 | 130.01 | 87.49 | 85.27 |
| 250 | 38 | 123.65 | 86.45 | 83.89 |
| 300 | 40 | 119.43 | 85.41 | 82.94 |
| 350 | 45 | 114 | 82.63 | 80.18 |
| 400 | 50 | 100.02 | 83.11 | 81.59 |
| 450 | 60 | 86.13 | 80.14 | 78.89 |
| 500 | 70 | 83.35 | 82.57 | 78.45 |
| 550 | 85 | 74.44 | 78.45 | 77.76 |
| 600 | 100 | 69.56 | 76.27 | 75.01 |
| 650 | 125 | 62.63 | 68.19 | 69.22 |
| 700 | 150 | 55.75 | 62.9 | 61.64 |
| 750 | 185 | 50.42 | 56.99 | 54.73 |
| 800 | 220 | 41.76 | 49.34 | 48.83 |
| 850 | 325 | 32.73 | 34.41 | 33.76 |
| 900 | 430 | 26.58 | 24.92 | 24.87 |
| 900 | 480 | 22.61 | 21.42 | 21.25 |
| 表４－実施例５についてのＲＣＦＴ結果 | | | | |
| 900 | 530 | 23.75 | 18.11 | 17.8 |
| 900 | 530 | 23.7 | 19.93 | 19.12 |
| 850 | 502 | 27.02 | 22.19 | 21.66 |
| 800 | 474 | 29.92 | 24.81 | 23.15 |
| 750 | 445 | 34.62 | 28.3 | 27.1 |
| 700 | 416 | 38.31 | 30.54 | 29.58 |
| 650 | 387 | 41.57 | 34.54 | 32.68 |
| 600 | 358 | 45.92 | 37.75 | 36.19 |
| 550 | 329 | 49.36 | 40.94 | 38.88 |
| 500 | 300 | 52.79 | 44.87 | 41.62 |
| 450 | 275 | 58.21 | 48.3 | 45.91 |
| 400 | 250 | 60.16 | 50.64 | 48.33 |
| 350 | 215 | 63.71 | 55.2 | 52.86 |
| 300 | 180 | 69.84 | 61.37 | 58.88 |
| 250 | 155 | 73.14 | 64.7 | 62.76 |
| 200 | 130 | 76.75 | 69.35 | 65.74 |
| 150 | 95 | 81.63 | 75.47 | 71.93 |
| 100 | 60 | 86.21 | 81.27 | 78.49 |
| 50 | 50 | 87 | 82.75 | 79.95 |

【０１０５】

実施例６

用いたファイバーが、１０６０℃で３分間熱処理した、ニューヨーク州バッファロー（Ｂｕｆｆａｌｏ，ＮＹ）のベスビウス（Ｖｅｓｕｖｉｕｓ）より入手可能なセルウール（Ｃｅｒ－Ｗｏｏｌ）ＨＰファイバーである以外は、実施例３の手順に従って絶縁体を作成する。供給業者によると、ファイバーは、４４～４９重量パーセントの$Al_2O_3$、５０～５４重量パーセントの$SiO_2$、０～０．２重量パーセントの$Fe_2O_3$、０～０．１重量

パーセントの$TiO_2$、０．５重量パーセント未満のその他材料の組成を有している。ファイバーのバルク収縮率は３．２％であった。

【０１０６】

実施例７

用いたファイバーが、熱処理した、シンニカ（Ｓｈｉｎｎｉｋａ）ＴＣ（日本、東京（Ｔｏｋｙｏ，Ｊａｐａｎ））ＳＮＳＣファイバーである以外は、実施例３に記載した手順に従って絶縁体を作成する。ファイバーは、約５４重量パーセントのシリカと約４６重量パーセントのアルミナの組成を有している。ファイバーを１０６０℃で熱処理したところ、バルク収縮率は２．６％であった。

【０１０７】

実施例８～１２

熱処理した様々なセラミックファイバーから絶縁体を作成した。ファイバーを、表５に示した時間にわたって１０６０℃で熱処理した。熱処理後のバルク収縮率も示してある。ファイバー組成は次の通りである。

【０１０８】

４６重量パーセントの$Al_2O_3$および５４重量パーセントの$SiO_2$のカオウール（ＫＡＯＷＯＯＬ）ＨＰ（サーマルセラミックス（Ｔｈｅｒｍａｌ　Ｃｅｒａｍｉｃｓ）より入手）

５１重量パーセント$Al_2O_3$および４８～５２％$SiO_2$のセルウール（ＣＥＲＷＯＯＬ）ＨＴＡ４６（ベスビウス（Ｖｅｓｕｖｉｕｓ）より入手）

５０重量パーセントの$SiO_2$、３５重量パーセントの$Al_2O_3$および１５重量パーセントの$ZrO_2$のカオウール（ＫＡＯＷＯＯＬ）ＺＲ（サーマルセラミックス（Ｔｈｅｒｍａｌ　Ｃｅｒａｍｉｃｓ）より入手）

２８重量パーセントの$SiO_2$および７８重量パーセントの$Al_2O_3$のマフテック（ＭＡＦＴＥＣ）ＭＬＳ（三菱化学（Ｍｉｔｓｕｂｉｓｈｉ　Ｃｈｅｍｉｃａｌ）より入手）

サフィル（ＳＡＦＩＬＬ）ＬＤＭ（サフィル（Ｓａｆｉｌｌ）より入手）

【０１０９】

【表５】

表５－ファイバー収縮

| 実施例 | ファイバー | 熱処理時間(分) | バルク収縮率(%) |
|---|---|---|---|
| 8 | KAOWOOL ZR | 3.5 | 5.2 |
| 9 | CER-WOOL HTA | 3 | 7.6 |
| 10 | KAOWOOL HP | 3 | 2.6 |
| 11 | MAFTEC MLS III | 0 | 1.1 |
| 12 | SAFFIL LDM | 0 | 1.3 |

【図面の簡単な説明】

【０１１０】

【図１】内側エンドコーン筐体と外側エンドコーン筐体との間の成形三次元絶縁体を有する汚染防止装置の断面図である。

【図２】汚染防止装置のエンドコーン領域に用いるのに好適な成形三次元絶縁体の一実施形態の斜視図である。

【図３】汚染防止装置のエンドコーン領域に用いるのに好適な成形三次元絶縁体の他の実施形態の斜視図である。

【図１】

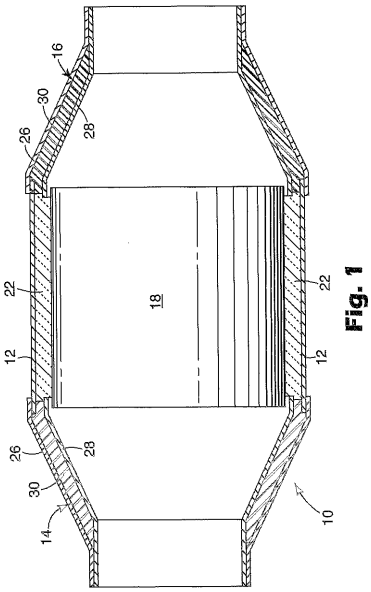



Fig. 1

【図２】

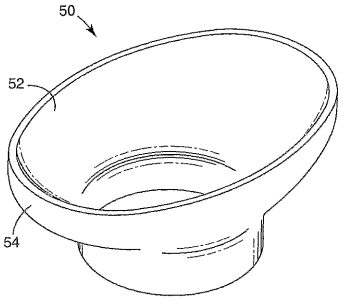



Fig. 2

【図３】

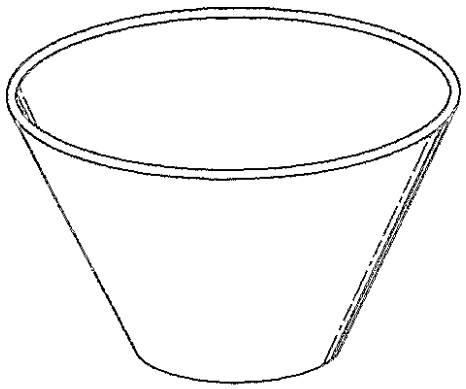


Fig. 3

フロントページの続き

(74)代理人 100082898
弁理士 西山 雅也
(72)発明者 ブラウンレイター，カール ジェイ.
アメリカ合衆国，ミネソタ ５５１３３－３４２７，セント ポール，ポスト オフィス ボックス ３３４２７，スリーエム センター
(72)発明者 ゴンザレス，ハビエル イー.
アメリカ合衆国，ミネソタ ５５１３３－３４２７，セント ポール，ポスト オフィス ボックス ３３４２７，スリーエム センター
(72)発明者 マンダナス，マイケル パトリック エム.
アメリカ合衆国，ミネソタ ５５１３３－３４２７，セント ポール，ポスト オフィス ボックス ３３４２７，スリーエム センター

審査官 岩▲崎▼ 則昌

(56)参考文献 特表２００２－５１４２８０（ＪＰ，Ａ）
特表２００２－５０６１６６（ＪＰ，Ａ）
特表平１１－５０９２８７（ＪＰ，Ａ）
特開平０６－０３３７５５（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
F01N 3/00-3/38
D04H 1/00-18/00
C04B 38/00-38/10