

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4372760号
(P4372760)

(45) 発行日 平成21年11月25日(2009.11.25)

(24) 登録日 平成21年9月11日(2009.9.11)

(51) Int.Cl.

F I

B O 1 D 46/00 (2006.01)
B O 1 D 39/20 (2006.01)
F O 1 N 3/02 (2006.01)
C O 4 B 38/00 (2006.01)
C O 4 B 41/87 (2006.01)

B O 1 D 46/00 3 O 2
 B O 1 D 39/20 D
 F O 1 N 3/02 3 O 1 C
 C O 4 B 38/00 3 O 3 Z
 C O 4 B 41/87 M

請求項の数 10 (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願2006-42388 (P2006-42388)
 (22) 出願日 平成18年2月20日(2006.2.20)
 (62) 分割の表示 特願2000-165978 (P2000-165978)
 の分割
 原出願日 平成12年6月2日(2000.6.2)
 (65) 公開番号 特開2006-181575 (P2006-181575A)
 (43) 公開日 平成18年7月13日(2006.7.13)
 審査請求日 平成19年5月25日(2007.5.25)
 (31) 優先権主張番号 特願平11-277119
 (32) 優先日 平成11年9月29日(1999.9.29)
 (33) 優先権主張国 日本国(JP)

(73) 特許権者 000000158
 イビデン株式会社
 岐阜県大垣市神田町2丁目1番地
 (74) 代理人 100080687
 弁理士 小川 順三
 (74) 代理人 100077126
 弁理士 中村 盛夫
 (72) 発明者 大野 一茂
 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1の1 イビデ
 ン株式会社 大垣北工場 内
 (72) 発明者 島戸 幸二
 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1の1 イビデ
 ン株式会社 大垣北工場 内

審査官 中村 泰三

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セラミックフィルタ集合体およびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

多孔質セラミック焼結体からなる複数のフィルタの外周面同士をセラミック質シール材層を介して接着することにより、前記各フィルタを一体化してなる集合体であって、全体として断面略円形状または断面略楕円形状に外形カットされることによってセル壁が部分的に露出して、前記集合体の軸線方向に沿って延びる突条と溝とからなる凹凸を有することとなった外周面に、セラミック質からなる凹凸解消層が形成され、かつ前記凹凸は該凹凸解消層で埋められており、前記凹凸解消層のフィルタ軸線方向における端部は、曲率半径 $R = 0.1\text{ mm} \sim 10\text{ mm}$ の曲面形状になっていることを特徴とするセラミックフィルタ集合体。

【請求項2】

前記凹凸解消層の厚さは、 $0.1\text{ mm} \sim 10\text{ mm}$ であることを特徴とする請求項1に記載のセラミックフィルタ集合体。

【請求項3】

前記シール材層は、前記凹凸解消層よりも薄くなるように形成されていることを特徴とする請求項1または2に記載のセラミックフィルタ集合体。

【請求項4】

前記凹凸解消層は、前記シール材層と同じ材料を用いて形成されていることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載のセラミックフィルタ集合体。

【請求項5】

前記フィルタは、フィルタ軸線方向に直交する方向に沿って互いにずらした状態で配置されていることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載のセラミックフィルタ集合体。

【請求項6】

多孔質セラミック焼結体からなる複数のフィルタの外周面同士をそのセラミック質シール材層を介して接着することにより一体化してなるセラミックフィルタ集合体を製造し、このセラミックフィルタ集合体の外形をカットして、全体として断面略円形状または断面略楕円形状とし、その外形カットにより露出したフィルタのセル壁が部分的にフィルタ外周面に剥き出しになって、前記集合体の軸線方向に沿って延びる突条と溝とからなる凹凸を有することとなった該セラミックフィルタ集合体の外周面に、セラミック質からなる凹凸解消層形成用ペーストを塗布して凹凸解消層を形成することを特徴とするセラミックハニカムフィルタ集合体の製造方法。

10

【請求項7】

前記凹凸解消層形成後、この層のフィルタ軸線方向における端部を、曲率半径 $R = 0.1 \text{ mm} \sim 10 \text{ mm}$ の曲面形状になるように成形することを特徴とする請求項6に記載のセラミックフィルタ集合体の製造方法。

【請求項8】

前記凹凸解消層は、その厚さが、 $0.1 \text{ mm} \sim 10 \text{ mm}$ となるようにすることを特徴とする請求項6または7に記載のセラミックフィルタ集合体の製造方法の製造方法。

【請求項9】

前記凹凸解消層は、前記シール材層と同じ材料を用いて形成することを特徴とする請求項6～8のいずれか1項に記載のセラミックフィルタ集合体の製造方法。

20

【請求項10】

前記フィルタは、フィルタ軸線方向に直交する方向に沿って互いにずらした状態に配置することを特徴とする請求項6～9のいずれか1項に記載のセラミックフィルタ集合体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、セラミック焼結体からなる複数のフィルタを接着して一体化した構造のセラミックフィルタ集合体およびその製造方法に関するものである。

30

【背景技術】

【0002】

自動車の台数は今世紀に入って飛躍的に増加しており、それに比例して自動車の内燃機関から出される排気ガスの量も急激な増加の一途を辿っている。特にディーゼルエンジンの出す排気ガス中に含まれる種々の物質は、汚染を引き起こす原因となるため、現在では世界環境にとって深刻な影響を与えつつある。また、最近では排気ガス中の微粒子（ディーゼルパティキュレート）が、ときとしてアレルギー障害や精子数の減少を引き起こす原因となるとの研究結果も報告されている。つまり、排気ガス中の微粒子を除去する対策を講じることが、人類にとって急務の課題であると考えられている。

40

【0003】

このような事情のもと、従来より、多様多種の排気ガス浄化装置が提案されている。一般的な排気ガス浄化装置は、エンジンの排気マニホールドに連結された排気管の途上にケーシングを設け、その中に微細な孔を有するフィルタを配置した構造を有している。フィルタの形成材料としては、金属や合金のほか、セラミックがある。セラミックからなるフィルタの代表例としては、コーディエライト製のハニカムフィルタが知られている。最近では、耐熱性・機械的強度・捕集効率が高い、化学的に安定している、圧力損失が小さい等の利点があることから、多孔質炭化珪素焼結体をフィルタ形成材料として用いることが多い。

【0004】

50

ハニカムフィルタは自身の軸線方向に沿って延びる多数のセルを有している。排気ガスがフィルタを通り抜ける際、そのセル壁によって微粒子がトラップされる。その結果、排気ガス中から微粒子が除去される。

【0005】

しかし、多孔質炭化珪素焼結体製のハニカムフィルタは熱衝撃に弱い。そのため、大型化するほどフィルタにクラックが生じやすくなる。よって、クラックによる破損を避ける手段として、複数の小さなフィルタ個片を一体化して1つの大きなセラミックフィルタ集合体を製造する技術が近年提案されている。

【0006】

上述の集合体を製造する一般的な方法を簡単に紹介する。まず、押出成形機の金型を介してセラミック原料を連続的に押し出すことにより、四角柱状のハニカム成形体を形成する。ハニカム成形体を等しい長さに切断した後、その切断片を焼成してフィルタとする。焼成工程の後、フィルタの外周面同士をセラミック質シール材層を介して接着することにより、複数のフィルタを束ねて一体化する。以上の結果、所望のセラミックフィルタ集合体が完成する。

【0007】

そして、セラミックフィルタ集合体の外周面には、セラミックファイバ等からなるマット状の断熱材が巻き付けられる。この状態で、集合体は排気管の途上に設けられたケーシング内に収容される。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

ところで、従来のセラミックフィルタ集合体は、全体として断面矩形状を呈している。これに対し、本出願人は、前記集合体を外形カットすることにより、全体として断面略円形状または断面略楕円形状にする技術（未公開）を本願に先行して提案している。

【0009】

しかし、上記先行提案技術において、フィルタは多数のセルを有するものであるため、集合体の外形カットを行うと、新たに露出する集合体の外周面においてセル壁が剥き出しになり、結果として外周面に凹凸ができる。従って、外周面に断熱材を設けた状態で集合体をケーシング内に収容したとしても、フィルタ長手方向に沿って隙間が生じることが避けられない。このため、その隙間を介して排気ガスがリークしやすくなり、排気ガスの処理効率が低下するという問題があった。

【0010】

本発明は上記の課題に鑑みてなされたものであり、その目的は、外周面における流体のリークが起こりにくいセラミックフィルタ集合体を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0011】

上記の課題を解決するために、本発明では、多孔質セラミック焼結体からなる複数のフィルタの外周面同士をセラミック質シール材層を介して接着することにより、前記各フィルタを一体化してなる集合体であって、全体として断面略円形状または断面略楕円形状に外形カットされることによってセル壁が部分的に露出して、前記集合体の軸線方向に沿って延びる突条と溝とからなる凹凸を有することとなった外周面に、セラミック質からなる凹凸解消層が形成され、かつ前記凹凸は該凹凸解消層で埋められており、前記凹凸解消層のフィルタ軸線方向における端部は、曲率半径 $R = 0.1 \text{ mm} \sim 10 \text{ mm}$ の曲面形状になっていることを特徴とするセラミックフィルタ集合体を提案する。

【0012】

本発明において、前記凹凸解消層は、その厚さを $0.1 \text{ mm} \sim 10 \text{ mm}$ とし、前記シール材層は、前記凹凸解消層よりも薄くなるように形成し、前記凹凸解消層は、前記シール材層と同じ材料を用いて形成し、そして、前記フィルタは、フィルタ軸線方向に直交する方向に沿って互いにずらした状態で配置されたものとするのが、より有効な手段となり

10

20

30

40

50

得る。

【0013】

また、上記の課題を解決するために、本発明では、多孔質セラミック焼結体からなる複数のフィルタの外周面同士をそのセラミック質シール材層を介して接着することにより一体化してなるセラミックフィルタ集合体を製造し、このセラミックフィルタ集合体の外形をカットして、全体として断面略円形状または断面略楕円形状とし、その外形カットにより露出したフィルタのセル壁が部分的にフィルタ外周面に剥き出しになって、前記集合体の軸線方向に沿って延びる突条と溝とからなる凹凸を有することとなった該セラミックフィルタ集合体の外周面に、セラミック質からなる凹凸解消層形成用ペーストを塗布して凹凸解消層を形成することを特徴とするセラミックハニカムフィルタ集合体の製造方法を提案する。

10

【0014】

本発明方法においては、前記凹凸解消層は、このフィルタ軸線方向における端部を、曲率半径 $R = 0.1\text{ mm} \sim 10\text{ mm}$ の曲面形状になるようにすること、前記凹凸解消層の厚さを、 $1\text{ mm} \sim 10\text{ mm}$ にすること、前記凹凸解消層を、前記シール材層と同じ材料を用いて形成すること、そして、前記フィルタは、フィルタ軸線方向に直交する方向に沿って互いにずらした状態で配置することが好ましい。

【発明の効果】

【0015】

本発明によると、凹凸解消層によって凹凸が埋められることにより、集合体の外周面がフラットな状態になる。従って、集合体の収容時にその外周面に隙間ができにくくなる。また、この凹凸解消層はセラミック質からなるので、多孔質セラミック焼結体からなるフィルタとの密着性及び耐熱性に優れている。

20

【0016】

本発明によると、凹凸解消層のフィルタ軸線方向における端部が所定曲率半径の曲面形状になっているため、使用時のヒートサイクルにより発生した応力の集中が緩和される。従って、応力の一点集中を回避することができ、凹凸解消層におけるクラック等の発生を防止することが可能となる。それは、曲率半径 R が 0.1 mm を下回ると、使用時のヒートサイクルにより発生した応力が、凹凸解消層の端部の一点に集中しやすくなり、場合によっては凹凸解消層の端部にてクラックが発生する可能性がある。一方、曲率半径 R が 10 mm を超えると、凹凸解消層の端部においてその厚さが薄くなる結果、場合によっては流体リークの防止という本来の機能が損なわれるおそれがある。

30

【0017】

本発明によると、集合体の製造が困難にならない範囲で、流体のリークを確実に防止することができる。凹凸解消層が薄すぎると、集合体の外周面にある凹凸を完全に埋めることができず、依然としてそこに隙間が残りやすくなる。逆に、凹凸解消層を厚くしようとすると、同層の形成が困難になったり、集合体全体が大径化したりするおそれがある。

【0018】

本発明によると、シール材層を凹凸解消層よりも薄くなるように形成しておくことにより、濾過能力及び熱伝導性の低下が未然に防止される。また、シール材層と同じ材料を用いて凹凸解消層を形成していることから、凹凸解消層とシール材層との境界部分にクラックが生じにくくなる。また、シール材層形成用の材料とは異なる別の材料を用意する必要がないので、集合体の製造が容易になり、高コスト化も回避される。

40

【0019】

さらに、本発明によると、あらかじめ互いにずらした状態でフィルタを配置しておくことにより、使用時にフィルタにずれが生じにくくなるため、集合体の破壊強度が向上する。また、集合体の径方向に沿った熱伝導性が向上する結果、集合体の外周部分と中心部分との間で温度差ができにくくなる。

【0020】

以上詳述したように、(1) 本発明によれば、外周面における流体のリークが起こりに

50

くいセラミックフィルタ集合体を提供することができる。

【0021】

(2) 本発明によれば、集合体の製造が困難にならない範囲で、流体のリークを確実に防止することができる。

【0022】

(3) 本発明によれば、凹凸解消層におけるクラック等の発生及び流体リークを防止することができる。

【0023】

(4) 本発明によれば、濾過能力及び熱伝導性の低下を未然に防止することができる。

【0024】

(5) 本発明によれば、凹凸解消層とシール材層との境界部分における流体リークの防止、集合体の製造容易化、集合体の高コスト化の防止を達成することができる。

【0025】

(6) 本発明によれば、集合体の破壊強度の向上及び均熱化を図ることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0026】

以下、本発明を具体化した一実施形態のディーゼルエンジン用の排気ガス浄化装置1を、図1～図6に基づき詳細に説明する。

【0027】

図1に示されるように、この排気ガス浄化装置1は、内燃機関としてのディーゼルエンジン2から排出される排気ガスを浄化するための装置である。ディーゼルエンジン2は、図示しない複数の気筒を備えている。各気筒には、金属材料からなる排気マニホールド3の分岐部4がそれぞれ連結されている。各分岐部4は1本のマニホールド本体5にそれぞれ接続されている。従って、各気筒から排出された排気ガスは一箇所に集中する。

【0028】

排気マニホールド3の下流側には、金属材料からなる第1排気管6及び第2排気管7が配設されている。第1排気管6の上流側端は、マニホールド本体5に連結されている。第1排気管6と第2排気管7との間には、同じく金属材料からなる筒状のケーシング8が配設されている。ケーシング8の上流側端は第1排気管6の下流側端に連結され、ケーシング8の下流側端は第2排気管7の上流側端に連結されている。排気管6、7の途上にケーシング8が配設されていると把握することもできる。そして、この結果、第1排気管6、ケーシング8及び第2排気管7の内部領域が互いに連通し、その中を排気ガスが流れるようになっている。

【0029】

図1に示されるように、ケーシング8はその中央部が排気管6、7よりも大径となるように形成されている。従って、ケーシング8の内部領域は、排気管6、7の内部領域に比べて広がっている。このケーシング8内には、セラミックフィルタ集合体9が収容されている。

【0030】

集合体9の外周面とケーシング8の内周面との間には、断熱材10が配設されている。断熱材10はセラミックファイバを含んで形成されたマット状物であり、その厚さは数mm～数十mmである。断熱材10は熱膨張性を有していることがよい。ここでいう熱膨張性とは、弾性構造を有するため熱応力を解放する機能があることを指す。その理由は、集合体9の最外周部から熱が逃げることを防止することにより、再生時のエネルギーロスを最小限に抑えるためである。また、再生時の熱によってセラミックファイバを膨張させることにより、排気ガスの圧力や走行による振動等のもたらすセラミックフィルタ集合体9の位置ずれを防止するためである。

【0031】

本実施形態において用いられるセラミックフィルタ集合体9は、上記のごとくディーゼルパティキュレートを除くものであるため、一般にディーゼルパティキュレートフィ

10

20

30

40

50

ルタ（DPF）と呼ばれる。図2、図3に示されるように、本実施形態の集合体9は、複数のフィルタF1を束ねて一体化することによって形成されている。集合体9の中心部分に位置するフィルタF1は四角柱状であって、その外形寸法は33mm×33mm×167mmである。四角柱状のフィルタF1の周囲には、四角柱状でない異型のフィルタF1が複数個配置されている。その結果、全体としてみると円柱状のセラミックフィルタ集合体9（直径135mm前後）が構成されている。

【0032】

これらのフィルタF1は、セラミック焼結体の一種である多孔質炭化珪素焼結体製である。炭化珪素焼結体を採用した理由は、他のセラミックに比較して、とりわけ耐熱性及び熱伝導性に優れるという利点があるからである。炭化珪素以外の焼結体として、例えば窒化珪素、サイアロン、アルミナ、コーディエライト、ムライト等の焼結体を選択することもできる。

【0033】

図3等に示されるように、これらのフィルタF1は、いわゆるハニカム構造体である。ハニカム構造体を採用した理由は、微粒子の捕集量が増加したときでも圧力損失が小さいという利点があるからである。各フィルタF1には、断面略正形状をなす複数の貫通孔12がその軸線方向に沿って規則的に形成されている。各貫通孔12は薄いセル壁13によって互いに仕切られている。セル壁13の外表面には、白金族元素（例えばPt等）やその他の金属元素及びその酸化物等からなる酸化触媒が担持されている。各貫通孔12の開口部は、いずれか一方の端面9a、9bの側において封止体14（ここでは多孔質炭化珪素焼結体）により封止されている。従って、端面9a、9b全体としてみると市松模様状を呈している。その結果、フィルタF1には、断面四角形状をした多数のセルが形成されている。セルの密度は200個／インチ前後に設定され、セル壁13の厚さは0.3mm前後に設定され、セルピッチは1.8mm前後に設定されている。多数あるセルのうち、約半数のものは上流側端面9aにおいて開口し、残りのものは下流側端面9bにおいて開口している。

【0034】

フィルタF1の平均気孔径は1μm～50μm、さらには5μm～20μmであることが好ましい。平均気孔径が1μm未満であると、微粒子の堆積によるフィルタF1の目詰まりが著しくなる。一方、平均気孔径が50μmを越えると、細かい微粒子を捕集することができなくなるため、捕集効率が低下してしまう。

【0035】

フィルタF1の気孔率は30%～70%、さらには40%～60%であることが好ましい。気孔率が30%未満であると、フィルタF1が緻密になりすぎてしまい、内部に排気ガスを流通させることができなくなるおそれがある。一方、気孔率が70%を越えると、フィルタF1中に空隙が多くなりすぎてしまうため、強度的に弱くなりかつ微粒子の捕集効率が低下してしまうおそれがある。

【0036】

図2、図3に示されるように、合計16個のフィルタF1は、外周面同士がセラミック質シール材層15を介して互いに接着されている。ここで、本実施形態のセラミック質シール材層15について詳細に述べる。

【0037】

前記シール材層15は、少なくとも無機繊維、無機バインダ、有機バインダ及び無機粒子からなり、かつ三次元的に交錯する前記無機繊維と無機粒子とを、前記無機バインダ及び有機バインダを介して互いに結合してなる弾性質素材のシール材を用いて形成されることが望ましい。

【0038】

前記シール材に含まれる無機繊維としては、シリカーアルミナファイバ、ムライトファイバ、アルミナファイバ及びシリカファイバから選ばれる少なくとも1種以上のセラミックファイバが挙げられる。これらのなかでも、特にシリカーアルミナセラミックファイバ

10

20

30

40

50

を選択することが望ましい。シリカーアルミナセラミックファイバは、弾性に優れるとともに熱応力を吸収する作用を示すからである。

【0039】

この場合、シール材におけるシリカーアルミナセラミックファイバの含有量は、固形分で10重量%～70重量%、好ましくは10重量%～40重量%、より好ましくは20重量%～30重量%である。含有量が10重量%未満であると、弾性体としての効果が低下するからである。一方、含有量が70重量%を超えると、熱伝導率の低下を招くとともに、弾力性が低下するからである。

【0040】

シリカーアルミナセラミックファイバにおけるショット含有量は、1重量%～10重量%、好ましくは1重量%～5重量%、より好ましくは1重量%～3重量%である。ショット含有量を1重量%未満にすることは、製造上困難だからである。一方、ショット含有量が50重量%を超えると、フィルタF1の外周面が傷付いてしまうからである。

10

【0041】

シリカーアルミナセラミックファイバの繊維長は、1mm～100mm、好ましくは1mm～50mm、より好ましくは1mm～20mmである。繊維長が1mm未満であると、弾性構造体を形成することができないからである。繊維長が100mmを超えると、繊維が毛玉のようになって無機微粒子の分散性が悪化するからである。また、シール材層15を薄くすることができなくなり、フィルタF1間の熱伝導性の低下を招くからである。

【0042】

20

前記シール材に含まれる無機バインダとしては、シリカゾル及びアルミナゾルから選ばれる少なくとも1種以上のコロイダルゾルが望ましい。そのなかでも、特にシリカゾルを選択することが望ましい。その理由は、シリカゾルは入手しやすく、焼成により容易に SiO_2 となるため、高温領域での接着剤として好適だからである。しかも、シリカゾルは絶縁性に優れているからである。

【0043】

この場合、シール材におけるシリカゾルの含有量は、固形分で1重量%～30重量%、好ましくは1重量%～15重量%、より好ましくは5重量%～9重量%である。含有量が1重量%未満であると、接着強度の低下を招くからである。逆に、含有量が30重量%を超えると、熱伝導率の低下を招くからである。

30

【0044】

前記シール材に含まれる有機バインダとしては親水性有機高分子が好ましく、ポリビニルアルコール、メチルセルロース、エチルセルロース及びカルボメトキシセルロースから選ばれる少なくとも1種以上の多糖類がより好ましい。これらのなかでも、特にカルボキシメチルセルロースを選択することが望ましい。その理由は、カルボキシメチルセルロースは、シール材に好適な流動性を付与するため、常温領域において優れた接着性を示すからである。

【0045】

この場合、シール材におけるカルボキシメチルセルロースの含有量は、固形分で0.1重量%～5.0重量%、好ましくは0.2重量%～1.0重量%、より好ましくは0.4重量%～0.6重量%である。含有量が0.1重量%未満であると、十分にマイグレーションを抑制することができないからである。なお、「マイグレーション」とは、被シール体間に充填されたシール材が硬化する際に、シール材中のバインダが、溶媒の乾燥除去に伴って移動する現象のことをいう。一方、含有量が5.0重量%を超えると、高温によって有機バインダが焼失し、シール材層15の強度が低下するからである。

40

【0046】

前記シール材に含まれる無機粒子としては、炭化珪素、窒化珪素及び窒化硼素から選ばれる少なくとも1種以上の無機粉末またはウイスキーを用いた弾性質素材であることが好ましい。このような炭化物や窒化物は、熱伝導率が非常に大きく、セラミックファイバ表面やコロイダルゾルの表面及び内部に介在して熱伝導性の向上に寄与するからである。

50

【0047】

上記炭化物及び窒化物の無機粒子のなかでも、特に炭化珪素粉末を選択することが望ましい。その理由は、炭化珪素は熱伝導率が極めて高いことに加え、セラミックファイバと馴染みやすいという性質があるからである。しかも、本実施形態では、被シール体であるフィルタF1が同種のもの、即ち多孔質炭化珪素製だからである。

【0048】

この場合、炭化珪素粉末の含有量は、固形分で3重量%～80重量%、好ましくは10重量%～60重量%、より好ましくは20重量%～40重量%である。含有量が3重量%未満であると、シール材層15の熱伝導率の低下を招くからである。一方、含有量が80重量%を超えると、高温時における接着強度の低下を招くからである。

10

【0049】

炭化珪素粉末の粒径は、0.01 μm ～100 μm 、好ましくは0.1 μm ～15 μm 、より好ましくは0.1 μm ～10 μm である。粒径が100 μm を超えると、接着力及び熱伝導性の低下を招くからである。一方、粒径が0.01 μm 未満であると、シール材のコスト高につながるからである。

【0050】

図2等にも示されるように、本実施形態のセラミックフィルタ集合体9の外周面9cには、セラミック質からなる凹凸解消層16が形成されている。この凹凸解消層16は、少なくともセラミック繊維及びバインダをその成分として含むセラミック材料を用いて形成される。前記セラミック材料中には、炭化珪素、窒化珪素、窒化硼素等のような無機粒子が含まれていることがよい。前記バインダとしては、シリカゾルやアルミナゾル等のような無機バインダを用いることがよいほか、多糖類等に代表される有機バインダを用いることがよい。また、前記セラミック材料は、三次元的に交錯するセラミック繊維と無機粒子とがバインダを介して互いに結合されたものであることが望ましい。なお、凹凸解消層16はシール材層15と同種の材料を用いて形成されることが望ましく、特には全く同じ材料を用いて形成されることが極めて望ましい。

20

【0051】

凹凸解消層16の厚さは0.1 mm～10 mmであることがよく、さらには0.3 mm～2 mmであることがよく、特には0.5 mm～1 mmであることがよい。凹凸解消層16が薄すぎると、セラミックフィルタ集合体9の外周面9cにある凹凸17を完全に埋めることができず、依然としてそこに隙間が残りやすくなるからである。逆に、凹凸解消層16を厚くしようとする、層形成が困難になったり、集合体9全体が大径化したりするおそれがあるからである。

30

【0052】

なお、シール材層15は凹凸解消層16よりも薄くなるように形成されることが好ましく、具体的には0.3 mm～3 mmの範囲内でそのように形成されることが望ましい。シール材層15を凹凸解消層16よりも薄くなるように形成しておくことにより、濾過能力及び熱伝導性の低下が未然に防止されるからである。

【0053】

ところで、凹凸解消層16のフィルタ軸線方向における端部は、曲面形状になっていることが好ましい(図4にて示される曲面部18を参照)。より具体的にいうと、前記端部は、曲率半径 $R=0.1\text{ mm} \sim 10\text{ mm}$ の曲面形状、さらには0.5 mm～2 mmの曲面形状になっていることが好ましい。

40

【0054】

曲率半径 R が0.1 mmを下回ると、使用時のヒートサイクルにより発生した応力が、凹凸解消層16の端部の一点に集中しやすくなり、場合によっては凹凸解消層16の端部にてクラックや欠けが発生する可能性があるからである。

【0055】

一方、曲率半径 R が10 mmを超えると、凹凸解消層16の端部においてその厚さが薄くなる結果、場合によっては排気ガスのリークの防止という本来の機能が損なわれるおそ

50

れがあるからである。

【0056】

なお、曲面部18における曲率半径Rの値は、凹凸解消層16の厚さが厚いときほど大きめに設定されることがよい。

次に、上記のセラミックフィルタ集合体9を製造する手順を図5に基づいて説明する。

【0057】

まず、押出成形工程で使用するセラミック原料スラリー、端面封止工程で使用する封止用ペースト、フィルタ接着工程で使用するシール材層形成用ペースト、凹凸解消層形成工程で使用する凹凸解消層形成用ペーストをあらかじめ作製しておく。シール材層形成用ペーストを凹凸解消層の形成にも使用する場合には、凹凸解消層形成用ペーストは作製して

10

【0058】

セラミック原料スラリーとしては、炭化珪素粉末に有機バインダ及び水を所定分量ずつ配合し、かつ混練したものを用いる。封止用ペーストとしては、炭化珪素粉末に有機バインダ、潤滑剤、可塑剤及び水を配合し、かつ混練したものを用いる。シール材層形成用ペースト（凹凸解消層形成用ペーストについても同様。）としては、無機繊維、無機バインダ、有機バインダ、無機粒子及び水を所定分量ずつ配合し、かつ混練したものを用いる。

【0059】

次に、前記セラミック原料スラリーを押出成形機に投入し、かつ金型を介してそれを連続的に押し出す。その後、押出成形されたハニカム成形体を等しい長さに切断し、四角柱状のハニカム成形体切断片を得る。さらに、切断片の各セルの片側開口部に所定量ずつ封止用ペーストを充填し、各切断片の両端面を封止する。

20

【0060】

続いて、温度・時間等を所定の条件に設定して本焼成を行い、ハニカム成形体切断片及び封止体14を完全に焼結させる。このようにして得られる多孔質炭化珪素焼結体製のフィルタF1は、この時点ではまだ全てのものが四角柱状である。

【0061】

なお、平均気孔径を $6\mu\text{m}$ ～ $15\mu\text{m}$ としかつ気孔率を35%～50%とするために、本実施形態では焼成温度を 2100°C ～ 2300°C に設定している。また、焼成時間を0.1時間～5時間に設定している。また、焼成時の炉内雰囲気の不活性雰囲気とし、そのときの雰囲気の圧力を常圧としている。

30

【0062】

次に、必要に応じてフィルタF1の外周面にセラミック質からなる下地層を形成した後、さらにその上にシール材層形成用ペーストを塗布する。そして、このようなフィルタF1を16個用い、その外周面同士を互いに接着して一体化する。この時点では、図5(a)に示されるように、セラミックフィルタ集合体9Aは全体として断面正形状を呈している。

【0063】

続く外形カット工程では、前記フィルタ接着工程を経て得られた断面正形状の集合体9Aを研削し、外周部における不要部分を除去してその外形を整える。その結果、図5(b)に示されるように、断面円形状のセラミックフィルタ集合体9が得られる。なお、外形カットによって新たに露出した面においては、セル壁13が部分的に剥き出しになり、結果として外周面9cに凹凸17ができる。本実施形態においてできる凹凸17は、0.5mm～1mm程度のものであって、集合体9の軸線方向（即ちフィルタF1の長手方向）に沿って延びる突条と溝とからなる。

40

【0064】

続く凹凸解消層形成工程では、前記シール材層形成用ペーストを凹凸解消層形成用ペーストとして用いるとともに、当該ペーストを集合体9の外周面9cの上に均一に塗布する。この後、必要に応じて曲面部形成工程を行い、凹凸解消層16のフィルタ軸線方向における両端部に曲面部18を形成する。具体的には、例えば凹凸解消層16における両端部

50

をブラシ等の器具を用いてブラッシングすることにより当該部分を若干擦り取る、という手法がある。このような工程を経ると、好適な形状の曲面部18が形成されるばかりでなく、端面9a、9bにはみ出していた余剰のペーストも除去される。

【0065】

そして、以上の結果、図5(c)に示されるセラミックフィルタ集合体9が完成する。

次に、上記のセラミックフィルタ集合体9による微粒子トラップ作用について簡単に説明する。

【0066】

ケーシング8内に収容されたセラミックフィルタ集合体9には、上流側端面9aの側から排気ガスが供給される。第1排気管6を経て供給されてくる排気ガスは、まず、上流側端面9aにおいて開口するセル内に流入する。次いで、この排気ガスはセル壁13を通過し、それに隣接しているセル、即ち下流側端面9bにおいて開口するセルの内部に到る。そして、排気ガスは、同セルの開口を介してフィルタF1の下流側端面9bから流出する。しかし、排気ガス中に含まれる微粒子はセル壁13を通過することができず、そこにトラップされてしまう。その結果、浄化された排気ガスがフィルタF1の下流側端面9bから排出される。浄化された排気ガスは、さらに第2排気管7を通過した後、最終的には大気中へと放出される。

【実施例】

【0067】

(実施例1)

(1) α 型炭化珪素粉末51.5重量%と β 型炭化珪素粉末22重量%とを湿式混合し、得られた混合物に有機バインダ(メチルセルロース)と水とをそれぞれ6.5重量%、20重量%ずつ加えて混練した。次に、前記混練物に可塑剤と潤滑剤とを少量加えてさらに混練したものを押出成形することにより、ハニカム状の生成形体を得た。

【0068】

(2) 次に、この生成形体をマイクロ波乾燥機を用いて乾燥した後、成形体の貫通孔12を多孔質炭化珪素焼結体製の封止用ペーストによって封止した。次いで、再び乾燥機を用いて封止用ペーストを乾燥させた。端面封止工程に続いて、この乾燥体を400℃で脱脂した後、さらにそれを常圧のアルゴン雰囲気下において2200℃で約3時間焼成した。その結果、多孔質でハニカム状の炭化珪素製フィルタF1を得た。

【0069】

(3) セラミックファイバ(アルミナシリケートセラミックファイバ、ショット含有率3%、繊維長さ0.1mm~100mm)23.3重量%、平均粒径0.3 μ mの炭化珪素粉末30.2重量%、無機バインダとしてのシリカゾル(ゾルのSiO₂の換算量は30%)7重量%、有機バインダとしてのカルボキシメチルセルロース0.5重量%及び水39重量%を混合・混練した。この混練物を適当な粘度に調整することにより、シール材層15の形成及び凹凸解消層16の形成の両方に使用される兼用ペーストを作製した。

【0070】

(4) 次に、フィルタF1の外周面に前記兼用ペーストを均一に塗布するとともに、フィルタF1の外周面同士を互いに密着させた状態で、50℃~100℃×1時間の条件にて乾燥・硬化させる。その結果、フィルタF1同士をシール材層15を介して接着する。ここではシール材層15の厚さを1.0mmに設定した。

【0071】

(5) 次に、外形カットを実施して外形を整えることにより、断面円形状のセラミックフィルタ集合体9を作製した後、その露出した外周面9cに前記兼用ペーストを均一に塗布した。そして、50℃~100℃×1時間の条件で乾燥・硬化して、厚さ0.6mmの凹凸解消層16を形成し、集合体9を完成させた。

【0072】

そしてこの後、凹凸解消層16の端部を均一にブラッシングすることによりその部分を若干擦り取って、曲率半径R=約1mmの曲面部18を形成した。

そして、上記のようにして得られた集合体9の各所を肉眼で観察したところ、外周面9cの凹凸17は凹凸解消層16によってほぼ完全に埋められており、外周面9cはフラットな状態になっていた。また、凹凸解消層16とフィルタF1との境界部分、凹凸解消層16とシール材層15との境界部分のいずれについても、クラックは生じていなかった。従って、これらの境界部分には高い密着性・シール性が確保されていることが示唆された。勿論、凹凸解消層16自体にもクラックや欠けは認められなかった。

【0073】

そこで、断熱材10を巻き付けた状態で集合体9をケーシング8内に収容したところ、集合体9の外周面9cには隙間ができなかった。また、実際に排気ガスを供給してみたところ、外周面9cの隙間を介して下流側に排気ガスがリークしていないことがわかった。従って、本実施例によれば、排気ガスを効率よく処理できることが明らかとなった。

10

(実施例2)

実施例2では、セラミックファイバ（ムライトファイバ、ショット含有率5重量％、繊維長さ0.1mm～100mm）25重量％、平均粒径1.0μmの窒化珪素粉末30重量％、無機バインダとしてのアルミナゾル（アルミナゾルの換算量は20％）7重量％、有機バインダとしてのポリビニルアルコール0.5重量％及びアルコール37.5重量％を混合・混練したものを、前記兼用ペーストとして使用した。それ以外の事項については実施例1に準ずるようにして、セラミックフィルタ集合体9を作製した。凹凸解消層16の厚さは0.6mmに設定し、曲面部18の曲率半径Rは約1mmに設定した。

【0074】

20

そして、実施例1と同様の肉眼観察を行ったところ、外周面9cの凹凸17は凹凸解消層16によってほぼ完全に埋められていた。また、凹凸解消層16とフィルタF1との境界部分、凹凸解消層16とシール材層15との境界部分のいずれについても、クラックは生じていなかった。従って、これらの境界部分には高い密着性・シール性が確保されていることが示唆された。勿論、凹凸解消層16自体にもクラックや欠けは認められなかった。

【0075】

また、集合体9の使用時においてその外周面9cには隙間ができず、しかも隙間を介した排気ガスのリークも起こらないことがわかった。従って、実施例2も実施例1と同様に、排気ガスを効率よく処理できることが明らかとなった。

30

(実施例3)

実施例3は、セラミックファイバ（アルミナファイバ、ショット含有率4重量％、繊維長さ0.1mm～100mm）23重量％、平均粒径1μmの窒化硼素粉末35重量％、無機バインダとしてのアルミナゾル（アルミナゾルの換算量は20％）8重量％、有機バインダとしてのエチルセルロース0.5重量％及びアセトン35.5重量％を混合・混練したものを、前記兼用ペーストとして使用した。それ以外の事項については実施例1に準ずるようにして、セラミックフィルタ集合体9を作製した。凹凸解消層16の厚さは0.6mmに設定し、曲面部18の曲率半径Rは約1mmに設定した。

【0076】

そして、実施例1と同様の肉眼観察を行ったところ、外周面9cの凹凸17は凹凸解消層16によってほぼ完全に埋められていた。また、凹凸解消層16とフィルタF1との境界部分、凹凸解消層16とシール材層15との境界部分のいずれについても、クラックは生じていなかった。従って、これらの境界部分には高い密着性・シール性が確保されていることが示唆された。勿論、凹凸解消層16自体にもクラックや欠けは認められなかった。

40

【0077】

また、集合体9の使用時においてその外周面9cには隙間ができず、しかも隙間を介した排気ガスのリークも起こらないことがわかった。従って、実施例3も実施例1と同様に、排気ガスを効率よく処理できることが明らかとなった。

(実施例4, 5)

50

実施例 4 では、凹凸解消層 16 の厚さを 0.4 mm に設定するとともに、曲面部 18 の曲率半径 R を約 0.2 mm に設定した。それ以外の事項については実施例 1 に準ずるよう
にして、セラミックフィルタ集合体 9 を作製した。

【0078】

実施例 5 では、凹凸解消層 16 の厚さを 7 mm に設定するとともに、曲面部 18 の曲率
半径 R を約 8 mm に設定した。それ以外の事項については実施例 1 に準ずるよう
にして、セラミックフィルタ集合体 9 を作製した。

【0079】

これらについて実施例 1 と同様の肉眼観察を行ったところ、クラックや欠けは認められ
なかった。また、集合体 9 の使用時においてその外周面 9c には隙間ができず、しかも隙
間を介した排気ガスのリークも起こらないことがわかった。従って、実施例 4, 5 も実施
例 1 と同様に、排気ガスを効率よく処理できることが明らかとなった。

10

(比較例)

比較例では、外周面 9c に凹凸解消層 16 を設けないこととし、それ以外の事項につい
ては基本的に実施例 1 に準ずるようにして、セラミックフィルタ集合体を作製した。

【0080】

そして、実施例 1 と同様の肉眼観察を行ったところ、外周面 9c には凹凸 17 が残って
いた。ゆえに、集合体の使用時においてその外周面 9c には隙間ができ、その隙間を介し
た排気ガスのリークが起こることが確認された。従って、各実施例 1 ~ 3 と比較して、排
気ガスの処理効率に劣ることが明らかであった。

20

【0081】

従って、本実施形態の実施例によれば以下のような効果を得ることができる。

(1) 各実施例では、凹凸解消層 16 によって凹凸 17 が埋められることにより、集合体
9 の外周面 9c がフラットな状態になっている。従って、集合体 9 の収容時にその外周面
9c に隙間ができにくく、その隙間を介した排気ガスのリークが防止される。以上の結果
、排気ガスの処理効率に優れたセラミックフィルタ集合体 9、ひいては排気ガスの処理効
率に優れた排気ガス浄化装置 1 を実現することができる。

【0082】

また、この凹凸解消層 16 はセラミック質からなるので、同じく多孔質セラミック焼結
体からなるフィルタ F1 との密着性及び耐熱性にも優れている。従って、集合体 9 が数百
℃の高温に晒されたとしても、凹凸解消層 16 が焼失・変質するようなことがなく、好適
な密着強度も維持される。

30

【0083】

(2) 各実施例では、凹凸解消層 16 の厚さを 0.1 mm ~ 10 mm という好適範囲内に
設定しているため、集合体 9 の製造が困難にならない範囲で、排気ガスのリークを確実に
防止することができる。

【0084】

(3) 各実施例では、凹凸解消層 16 における曲面部 18 の曲率半径 R を、0.1 mm ~
10 mm という好適範囲に設定している。このため、使用時のヒートサイクルによって応
力が発生したとしても、その発生した応力の凹凸解消層 16 の端部への集中が緩和される
。従って、当該部分への応力の集中を回避することができ、凹凸解消層 16 におけるクラ
ックや欠けの発生を防止することが可能となる。このため、排気ガス漏れの発生を防止し
つつ、凹凸解消層 16 におけるクラック等の発生を確実に防止することができる。

40

【0085】

(4) 各実施例では、シール材層 15 を凹凸解消層 16 よりも薄くなるように形成してい
るため、濾過能力及び熱伝導性の低下を未然に防止することができる。

【0086】

(5) 各実施例では、シール材層 15 と同じ材料を用いて凹凸解消層 16 を形成している
。このため、凹凸解消層 16 とシール材層 15 との熱膨張係数が等しくなる等の理由によ
り、両者 15, 16 の境界部分にクラックが生じにくくなる。つまり、当該境界部分に高

50

い接着性、シール性、信頼性が確保される。

【0087】

また、シール材層形成用ペーストとは別に、凹凸解消層形成用ペーストを用意する必要がないので、集合体9の製造が容易になり、全体の高コスト化を回避することができる。

【0088】

(6) 各実施例では、シール材層15及び凹凸解消層16を形成するための材料として、次のようなものを用いている。即ち、少なくとも無機繊維、無機バインダ、有機バインダ及び無機粒子からなり、かつ三次元的に交錯する前記無機繊維と無機粒子とを、前記無機バインダ及び有機バインダを介して互いに結合してなる弾性質素材を用いている。

【0089】

このような材料には下記のような利点がある。即ち、低温域及び高温域の両方において十分な接着強度を期待することができる。また、この材料は弾性質素材であることから、集合体9に熱応力が加わるときでも、その熱応力を確実に開放することができる。さらに、この材料は熱伝導性に優れるため、熱が集合体9の全体に均一にかつ速やかに伝導しやすく、効率のよい排気ガス処理を実現することができる。

【0090】

なお、本発明の実施形態は以下のように変更してもよい。

・フィルタF1の組み合わせ数は、前記実施形態のように16個でなくてもよく、任意の数にすることが可能である。この場合、サイズ・形状等の異なるフィルタF1を適宜組み合わせ使用することも勿論可能である。

【0091】

・図6に示される別例のセラミックフィルタ集合体21のように、フィルタ軸線方向に直交する方向に沿って各フィルタF1をあらかじめ互いにずらした状態にして、各フィルタF1を接着しかつ一体化してもよい。このようにした場合には、ケーシング8への収容時にフィルタF1にずれが生じにくくなるため、集合体21の破壊強度が向上する。前記実施形態とは異なり、別例ではシール材層15が十字状に交わる箇所ができず、このことが破壊強度の向上に寄与しているものと考えられる。また、集合体21の径方向に沿った熱伝導性が向上する結果、集合体21の外周部分と中心部分との間で温度差ができにくくなる。よって、集合体21が均等に加熱されるようになり、外周部分における微粒子の燃え残りが生じにくくなる。

【0092】

・凹凸解消層16はシール材層15と同種のセラミック材料を用いて形成されていなくてもよく、異種のセラミック材料を用いて形成されていてもよい。
・凹凸解消層16はシール材層15と等しい厚さとなるように形成されてもよく、さらにはシール材層15よりも厚くなるように形成されていてもよい。

【0093】

・凹凸解消層16の形成方法として、実施形態では塗布法を採用している。この方法に限定されることはなく、例えば印刷法、焼き付け法、ディップ法、カーテンコート法等を採用して凹凸解消層16を形成するようにしてもよい。

【0094】

・フィルタF1は前記実施形態にて示したようなハニカム状構造を有するもののみに限られず、例えば三次元網目構造、フォーム状構造、ヌードル状構造、ファイバ状構造等であってもよい。

【0095】

・外形カット工程前におけるフィルタF1の形状は、実施形態のような四角柱状に限定されることはなく、三角柱状や六角柱状等であっても構わない。また、外形カット工程によって集合体9Aの全体形状を断面円形状に加工するのみならず、例えば断面楕円形状等に加工してもよい。

【0096】

・曲面部18を形成する手法としては、実施形態にて示したようなブラシを用いたブラッ

10

20

30

40

50

シングのみに限定されない。例えば、ブラシ以外の器具（例えば刷毛、ヘラ等）を用いて当該部分の凹凸解消層16を削ぎ取る、等の手法を採用することも可能である。さらには、上記のような器具を用いた手法に代え、器具を用いない手法（具体的には、サンドブラスト等のような砥粒を用いた手法など）を採用することも可能である。

【0097】

・特にその必要がなければ、実施形態で行っていたような曲面部形成工程を省略しても構わない。

・実施形態においては、本発明のセラミックフィルタ集合体を、ディーゼルエンジン2に取り付けられる排気ガス浄化装置用フィルタとして具体化していた。勿論、本発明のセラミックフィルタ集合体は、排気ガス浄化装置用フィルタ以外のものとして具体化されることができ、例えば熱交換器用部材、高温流体や高温蒸気のための濾過フィルタ等として具体化されることができる。

10

【0098】

次に、特許請求の範囲に記載された技術的思想のほかに、前述した実施形態によって把握される技術的思想を以下に列挙する。

（1）本発明において、前記集合体はディーゼルパーティキュレートフィルタであること。

【0099】

（2）本発明において、前記フィルタは、多孔質炭化珪素焼結体からなるハニカムフィルタであること。従って、本発明によれば、圧力損失が小さくて、しかも耐熱性及び熱伝導性に優れたものとすることができる。

20

【0100】

（3）本発明において、前記シール材層は、少なくとも無機繊維、無機バインダ、有機バインダ及び無機粒子からなり、かつ三次元的に交錯する前記無機繊維と無機粒子とを、前記無機バインダ及び有機バインダを介して互いに結合してなる弾性質素材のシール材によって形成される。

【0101】

（4）本発明において、前記シール材は、固形分で10重量%～70重量%のシリカアルミナセラミックファイバ、1重量%～30重量%のシリカゾル、0.1重量%～5.0重量%のカルボメトキシセルロース及び3重量%～80重量%の炭化珪素粉末からなる。

【0102】

（5）本発明における排気ガス浄化装置によれば、強度、信頼性等に優れた実用的な装置を提供することができる。

30

【図面の簡単な説明】

【0103】

【図1】本発明を具体化した一実施形態の排気ガス浄化装置の全体概略図。

【図2】実施形態のセラミックフィルタ集合体の側面図。

【図3】前記排気ガス浄化装置の要部拡大断面図。

【図4】凹凸解消層へのブラッシングを施したセラミックフィルタ集合体の要部拡大断面図。

【図5】（a）、（b）、（c）はセラミックフィルタ集合体の製造工程を説明するための概略斜視図。

40

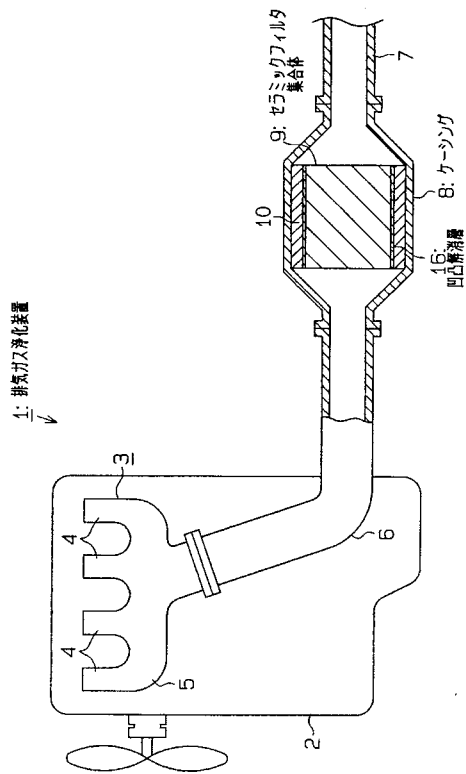
【図6】別例のセラミックフィルタ集合体の側面図。

【符号の説明】

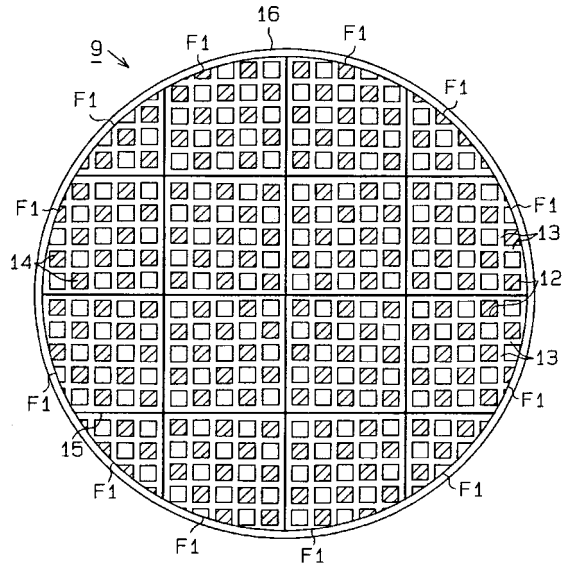
【0104】

- 9, 21 セラミックフィルタ集合体
- 9c セラミックフィルタ集合体の外周面
- 15 セラミック質シール材層
- 16 凹凸解消層
- F1 フィルタ

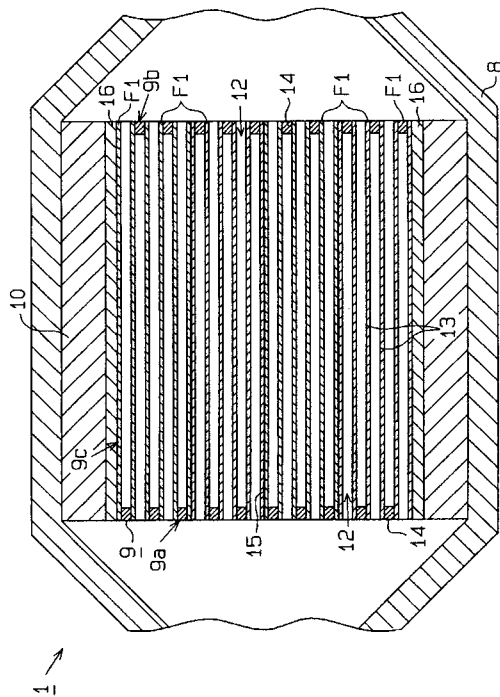
【図 1】



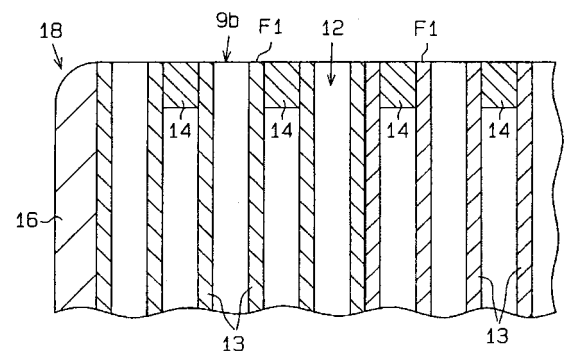
【図 2】



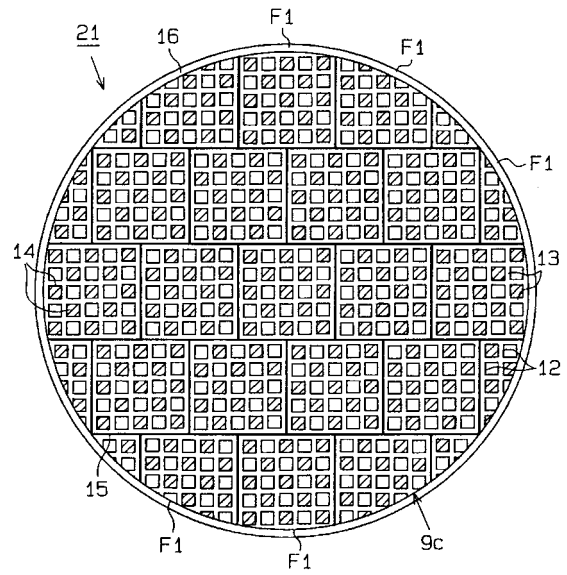
【図 3】



【図 4】



【图 6】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平07-054643 (JP, A)
特開平10-030429 (JP, A)
特開平03-121213 (JP, A)
特開2000-007455 (JP, A)
特開2000-279728 (JP, A)
特許第3803009 (JP, B2)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B01D	39/20-46/00
C04B	38/00-41/87
F01N	3/02