economie

BREVET D'INVENTION

ROYAUME DE BELGIQUE

SPF ECONOMIE, P.M.E.,
CLASSES MOYENNES & ENERGIE

Office de la Propriété intellectuelle

NUMERO DE PUBLICATION : 1018254A3

NUMERO DE DEPOT : 2003/0039

Classif. Internat. : C04B F01N B01D

Date de délivrance le : 03 Août 2010

Le Ministre pour l'entreprise,

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

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 17 Janvier 2003 à 15H45 à l 'Office de la Propriété Intellectuelle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : NGK INSULATORS, Ltd.
2-56, Suda-cho, Mizuho-ku, Nagoya-city, Aichi-prefecture, 467-8530(JAPON)

représenté(e)(s) par : OVERATH Philippe, CABINET BEDE, Boulevard Général Wahis 15 - B 1030 BRUXELLES.

un brevet d' invention d' une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : CORPS DE STRUCTURE POREUSE EN NID D'ABEILLE, SON UTILISATION ET SON PROCEDE DE FABRICATION.

INVENTEUR(S) : Noguchi Yasushi, c/o NGK Insulators, Ltd., 2-56, Suda-cho, Mizuho-ku, Nagoya-city, Aichi-prefecture, 467-8530 (JP); Wada Yukihisa,c/o NGK Insulators, Ltd., 2-56, Suda-cho, Mizuho-ku, Nagoya-city, Aichi-prefecture, 467-8530 (JP);Muroi Yumi, c/o NGK Insulators, Ltd., 2-56, Suda-cho, Mizuho-ku, Nagoya-city, Aichi-prefecture, 467-8530 (JP)

PRIORITE(S) 21.01.02 JPJPA02012113 04.12.02 JPJPA02352600

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) demandeurs(s).

Pour expédition certifiée conforme

Bruxelles, le 03 Août 2010
PAR DELEGATION SPECIALE :

DRISQUE S.
Conseiller

S. DRISQUE
Conseiller

.be

DESCRIPTION

CORPS DE STRUCTURE POREUSE EN NID D'ABEILLE, SON UTILISATION ET SON PROCEDE DE FABRICATION

(0001) La présente invention concerne un corps de structure poreuse en nid d'abeille, son utilisation et son procédé de fabrication. Plus spécifiquement, elle concerne un corps de structure poreuse en nid d'abeille ayant une perte de pression réduite, tout en maintenant une résistance isostatique par le contrôle de la dissolution de la porosité et d'un diamètre de pore du corps structurel, son utilisation est un procédé pour fabriquer le corps structurel. Le corps de structure poreuse en nid d'abeille de la présente invention peut être, de préférence, utilisé particulièrement comme filtre à particules pour l'épuration des gaz d'échappement, et un support pour un catalyseur.

Description de la technique apparentée

(0002) Récemment, l'influence de la matière particulaire et du NOx déchargé depuis un moteur automobile, spécialement un moteur diesel ou analogues sur l'environnement a retenu de plus en plus l'attention. En conséquence, de nombreux travaux de recherche et de développement ont été effectués sur l'utilisation d'un

corps de structure poreuse en nid d'abeille comme moyen important pour collecter et supprimer de telles substances délétères.

(0003) Par exemple, un corps à structure en nid-d'abeilles est en cours de développement pour collecter et supprimer les matières particulaires dans les gaz d'échappement en établissant un écoulement des gaz d'échappement dans des trous de passage individuels ayant des ouvertures à une des faces d'extrémité du corps de structure en nid d'abeille comprenant une pluralité de trous de passage qui sont séparés par des parois de séparation poreuses et dont les ouvertures sur une face d'extrémité où les gaz d'échappement s'écoulent et une face d'extrémité où les gaz d'échappement sortent sont fermées alternativement et en le passant de manière forcée par ces parois de séparation. Un travail de développement est également en cours, comme nouvelle approche, pour améliorer l'aptitude à l'épuration de telles substances, pour procurer un catalyseur constitué d'un corps de structure en nid d'abeille étant composé d'une structure poreuse, dont la totalité des parois de séparation ont une porosité élevée sur lesquelles des catalyseurs pour des composés HC et NOx sont chargés en une quantité relativement plus grande.

(0004) Sur utilisation d'un tel corps de structure poreuse en nid d'abeille, il est reçu dans un coffret métallique ou analogues au moyen d'un support avec une force de pression fixe de sorte que le corps de structure en nid d'abeille ne devrait pas être déplacé dans le boîtier métallique lors des vibrations continues d'un moteur ou analogues. En conséquence, le corps structurel doit avoir une résistance isostatique qui permet au corps

structurel d'endurer la force de pression. Spécialement, un essai a été fait pour rendre la porosité du corps de structure en nid d'abeille plus élevée, en répondant aux demandes dans la réduction de la perte de pression pour une moindre consommation de carburant et un couple de sortie élevé, ou les demandes d'augmentation de la quantité chargée de catalyseur pour amélioration de l'aptitude à l'épuration. En conséquence, il est fortement désiré d'avoir un corps de structure en nid d'abeille pourvu d'une résistance isostatique suffisante, tout en satisfaisant les demandes pour rendre la porosité dans le corps de structure en nid d'abeille plus élevée. A ce sujet, dans le cas d'un corps de structure en nid d'abeille installé dans le trajet pour les gaz d'échappement, le volume d'écoulement des gaz d'échappement dans la partie centrale du corps de structure en nid d'abeille est associé à la direction perpendiculaire du trajet pour les gaz d'échappement. Ainsi, l'aptitude à l'écoulement des gaz d'échappement et la quantité des composés de HC, NOx ou analogues dans la partie centrale du corps de structure en nid d'abeille ont une influence complète sur la perte de pression globale et l'aptitude à l'épuration. Il s'ensuit que le développement de corps de structure en nid d'abeille et de corps de catalyseurs ayant une structure capable de prendre en compte les différences de distribution dans les gaz s'écoulant est désirée depuis longtemps.

(0005) Il a été proposé comme corps de structure poreuse en nid d'abeille de la technique antérieure pour atteindre les objectifs mentionnés ci-dessus un corps de structure poreuse en nid d'abeille ayant un temps de durabilité prolongé pour collecter des matières

particulaires avec une fréquence réduite de traitement de régénération en constituant le corps de structure en nid d'abeille pour avoir « une porosité de 45 à 60 %, des pores avec un diamètre de pore de bloc 100 µm ou plus dans un volume qui correspond à 10 % ou moins d'un volume total de tous les pores, et une relation entre un total des surfaces spécifiques (Mm^2/g) de tous les pores s'ouvrant sur la surface du corps de structure en nid d'abeille et pénétrant le corps de structure en nid d'abeille vers l'intérieur, et une rugosité en surface (Nµm) sur la surface du corps de structure en nid d'abeille de 1,000M + 85N ≥ 530" (voir le Brevet japonais N° 2 726 616).

(0006) En outre, il est décrit un corps de structure en céramique poreuse en nid d'abeille ayant une durée de collecte significativement prolongée avec la même efficacité de collecte et la même perte de pression, en ayant une "porosité de 40 à 55 % et un volume total de pore ayant un diamètre de 2 µm ou moins étant de 0,015 cc/g ou moins" (voir le Brevet japonais N° 2 578 176).

(0007) De plus, une structure en nid d'abeille en cordiérite ayant une vitesse de collecte élevée, une faible perte de pression et un faible coefficient de dilatation thermique simultanément en ayant "un coefficient de dilatation thermique situé entre 25° C et 800° C de 0,3 × 10^{-6}/° C ou moins, une porosité de 55 à 80 %, un diamètre moyen de pore de 25 à 40 µm et des petits pores ayant chacun un diamètre de 5 à 40 µm et des pores de dimension importante ayant chacun un diamètre de 40 à 100 µm comme pores sur les surfaces des parois de séparation, le nombre des petits pores étant de 5 à 40

fois plus grand que le nombre des pores de grande dimension" est également décrit (document JP-A-9-77573).

(0008) Toutefois, eu égard à l'un quelconque de ces corps de structure en nid d'abeille, il n'a jamais été donnée une quelconque considération à la satisfaction simultanée d'une telle caractéristique comme la réduction de la perte de pression et l'obtention d'une résistance isostatique accrue, qui sont mutuellement contradictoires en contrôlant la distribution des pores.

RESUME DE L'INVENTION

(0009) La présente invention a été envisagée au vu des problèmes énoncés précédemment. Un but de la présente invention est de proposer un corps de structure poreuse en nid d'abeille capable de satisfaire simultanément les caractéristiques de perte de pression et de résistance isostatique, qui sont des propriétés mutuellement contradictoires, approprié pour une utilisation particulièrement dans un dispositif d'épuration des gaz d'échappement installé dans un équipement de combustion et qui est utilisable, par exemple, pour un corps structurel pour collecter et supprimer des substances particulaires contenues dans les gaz d'échappement, ou un corps de catalyseur pour décomposer HC, NOx et analogues pour les supprimer de ceux-ci, et de même pour un procédé pour fabriquer le corps de structure poreuse en nid d'abeille.

(0010) Des études intensives ont été réalisées de façon à résoudre les problèmes précédemment mentionnés. Comme résultat, tout d'abord, on a trouvé le phénomène que le retrait de cuisson d'un article moulé en nid d'abeille contenant un matériau brut formant la

cordiérite comme composant principal et du carbone comme agent de formation des pores devient extrêmement évident lorsque la température de production de l'article moulé à l'intérieur d'une température de 1 000 à 1 200°C, mais le retrait de cuisson de l'article moulé se produit difficilement lorsque la température de l'article moulé est à l'extérieur de la plage de température de 1 000 à 1 200°C précédemment mentionnée.

(0011) Ensuite, on a effectué d'autres études et trouvé qu'un corps de structure en nid d'abeille ayant un diamètre de pore important et de la porosité dans une partie centrale qui influence grandement une réduction de la perte de pression peut être obtenu en utilisant du carbone comme agent de formation des pores et en contrôlant une vitesse d'augmentation de la température de l'environnement de cuisson de façon à empêcher le carbone existant dans la partie centrale de l'article moulé de cuire jusqu'à ce que la partie centrale de l'article moulé dépasse la plage de température précédemment mentionnée. La présente invention était complétée sur la base de ce que l'on a trouvé précédemment.

(0012) C'est-à-dire, en conformité avec la présente invention, il est proposé un corps de structure poreuse en nid d'abeille ayant des parois de séparation qui contiennent de la cordiérite comme phase cristalline principale, une porosité de 40 à 75 % et un diamètre de pore moyen de 10 à 50 µm, dans lequel la porosité et le diamètre des pores dans la partie centrale du corps de structure en nid d'abeille sont plus grands que ceux dans une partie périphérique du corps à structure en nid d'abeille. Dans le présent mémoire descriptif, la phrase

"partie centrale" se réfère à un point milieu d'un axe central d'un corps à structure en nid d'abeille ou d'un article moulé ou d'une partie de paroi de séparation qui est la plus proche du point milieu, tandis que la phrase "partie périphérique" se réfère à la partie de paroi de séparation la plus à l'extérieur à partir d'un point milieu d'axe central du corps de structure en nid d'abeille ou d'un article moulé dans une direction perpendiculaire à l'axe central. Dans le corps de structure en nid d'abeille de la présente invention, la porosité et le diamètre des pores sont définis par rapport à la "partie centrale". Toutefois, une zone ayant une porosité plus grande et un diamètre plus grand que la partie périphérique peut posséder une certaine surface de diffusion depuis la partie centrale. De plus, dans le présent mémoire descriptif, les termes "porosité" et "diamètre des pores" signifient la porosité moyenne et le diamètre de pore moyen, à moins qu'il ne soit spécifié autrement.

(0013) Dans la présente invention, la porosité dans la partie centrale du corps de structure en nid d'abeille est, de préférence, plus grande que la porosité dans la partie périphérique du corps à structure en nid-d'abeilles de 2 % ou plus élevée, plus préférablement de 3 % plus élevée, et le diamètre des pores dans la partie centrale du corps de structure en nid d'abeille est, de préférence, plus grand que le diamètre des pores dans la partie périphérique du corps de structure en nid d'abeille de 2 µm ou plus, plus préférablement de 3 µm ou plus.

(0014) En outre, en conformité avec la présente invention, il est également proposé un procédé pour

fabriquer un corps de structure poreuse en nid d'abeille qui comprend les étapes de préparation d'un article moulé ayant une structure en nid d'abeille par l'utilisation d'une motte contenant un matériau brut de formation de cordiérite comme matériau brut primaire et du carbone en une quantité d'au moins 5 parties en masse basé sur 100 parties en masse du matériau brut de formation de cordiérite et par le séchage et la cuisson de l'article moulé obtenu, dans lequel, sur cuisson de l'article moulé, la température de l'environnement de cuisson est accrue à une vitesse à laquelle le carbone existant dans la partie centrale de l'article moulé est éliminé par cuisson à l'intérieur d'une plage de température de 1 200° C à en dessous de 1 430° C en termes de température de la partie centrale de l'article moulé.

(0015) Dans la présente invention, il est préférable d'augmenter la température de l'environnement de cuisson, en fonction du type de carbone qui doit être utilisé, habituellement à une vitesse de 20 à 60° C/hr à l'intérieur d'une plage de température de 400 à 1 150°C.

(0016) En outre, la température de l'environnement de cuisson est maintenue, de préférence, à l'intérieur d'une plage de température de 1 150 à 1 200° C pendant au moins 5 heures après que la température atteigne 1 150°C.

(0017) De plus, dans le procédé pour la fabrication de la présente invention, l'article moulé ayant une structure en nid d'abeille est, de préférence, fabriqué par l'utilisation d'une motte contenant au moins du carbone en une quantité de 25 parties ou moins en masse basé sur 100 parties en masse du matériau brut de formation de cordiérite. En outre, l'article moulé ayant une structure en nid d'abeille est plus préférablement

fabriqué par l'utilisation d'une motte contenant une résine malléable en une quantité de 5 parties ou moins en masse basé sur 100 parties en masse du matériau brut de formation de cordiérite. En outre, l'atmosphère dans le four de cuisson dans lequel l'article moulé est cuit est, de préférence, établie à une concentration d'oxygène de 7 à 17 % en volume au moins lorsque la température de l'environnement de cuisson est de 400 à 1 150° C.

(0018) Maintenant, en se référant à la Fig. 1, une relation entre la vitesse d'augmentation de la température et la formation des pores dans une étape de cuisson dans le procédé pour la fabrication de la présente invention sera décrite. La Fig. 1 est un graphique montrant de manière illustrative l'état de la température d'un environnement de cuisson et la température d'une partie centrale du corps de structure en nid d'abeille dans une étape de cuisson dans un mode de réalisation de la présente invention. Sur la Fig. 1, une ligne pleine représente la température de la partie centrale de l'article moulé et des lignes en pointillé représentent la température de l'environnement de cuisson. En outre, les températures de la partie centrale de l'article moulé ont été mesurées en insérant un thermocouple-R dans un trou de passage et en fixant le thermocouple-R dans la partie centrale de l'article moulé.

(0019) Comme cela est représenté à la Fig. 1 montrant un exemple dans lequel du graphite est utilisé comme source de carbone, dans le procédé pour la fabrication de la présente invention, lorsque la température de l'environnement de cuisson atteint une température à laquelle le carbone contenu comme agent de

formation de pore peut cuire, à savoir environ 600° C à la Fig. 1, la température d'une partie centrale de l'article moulé devient plus élevée que la température environnante. Ceci indique que le carbone contenu comme agent de formation des pores a commencé à cuire et que la température à l'intérieur de l'article moulé a été, en conséquence, accrue par celui-ci. Lorsque la température de l'article moulé atteint de 1 000 à 1 200°C par une autre augmentation de la température environnante, le retrait de cuisson de l'article moulé comprenant le matériau brut de formation de cordiérite devient le plus gênant, bien qu'un tel phénomène ne devrait pas être apparent dans le graphique.

(0020) A ce point, si le carbone a déjà été éliminé par cuisson et que les pores sont déjà formés dans la structure en nid d'abeille, le diamètre des pores formé dans la structure en nid-d'abeilles est rétracté dû au retrait de cuisson. Toutefois, si le carbone demeure toujours comme dans l'exemple représenté à la Fig. 1, la cuisson avance tout en maintenant les diamètres des pores au diamètre du carbone. De plus, lorsque la température de l'article moulé dépasse 1 200°C avec une augmentation de la température d'environnement de cuisson, le retrait de cuisson de l'article moulé devient faible. En outre, si le carbone est totalement éliminé par cuisson à ce moment, des bords sensiblement égaux au diamètre possédé à l'origine par le carbone sont formés. Les pores ainsi formés peuvent avoir des diamètres plus grands comparés avec le diamètre des pores ayant été formé comme rétracté dû à l'émission par cuisson du carbone au-dessous de 1 000°C.

(0021) Lorsque le carbone dans l'article moulé est éliminé par moulage dans une certaine partie, la température de cette partie de l'article moulé diminue rapidement à la température de l'environnement ou en dessous. C'est-à-dire que si cette partie est la partie centrale de l'article moulé, on peut observer l'occurrence d'un pic à une température allant de 1 200 à 1 300°C, comme cela est représenté à la Fig. 1. C'est-à-dire que si une température interne de l'article moulé, à laquelle un tel changement de température soudain comme mentionné ci-dessus se produit, se chevauchent de 1 000 à 1 200°C de la température de l'environnement dans laquelle le retrait de cuisson de l'article moulé est observé de manière la plus gênante, le retrait de cuisson est accentué. Comme résultat, des déchirures dans la structure sont observées dues au retrait de cuisson.

(0022) De ce fait, dans la présente invention, puisque la température pic mentionnée ci-dessus, à savoir, la température interne de l'article moulé au moment où le carbone était présent dans la partie centrale de l'article moulé est éliminée par cuisson, est contrôlée de façon à dépasser 1 200°C en contrôlant la vitesse d'augmentation de la température de l'environnement de cuisson, les pores de la structure en nid d'abeille étant présents dans sa partie centrale peuvent avoir un diamètre égal à celui du carbone ayant été présent dans la partie centrale sans entraîner des déchirements dus au retrait de cuisson.

(0023) De plus, le carbone est présent dans une partie périphérique de l'article moulé ; ladite partie étant dans un environnement plus aérobie est éliminée par cuisson plus facilement que le carbone présent dans une

partie centrale incluant la partie centrale et est souvent éliminée par cuisson à une température relativement basse et forme des pores. Ainsi, les diamètres de ceux-ci sont souvent rétractés dû à un retrait de cuisson ultérieur. En conséquence, on a souvent observé la différence de porosité de diamètre des pores entre la partie centrale et la partie périphérique.

BREVE DESCRIPTION DES DESSINS

La Fig. 1 est un graphique illustrant de combien la température d'une partie centrale d'un article moulé et la température d'un environnement de cuisson a accru dans une étape de cuisson dans un mode de réalisation de la présente invention.

La Fig. 2 est une vue simplifiée explicative pour montrer les sites auxquels la porosité et le diamètre des pores d'un corps de structure poreuse en nid d'abeille ont été mesurés dans les exemples et dans les exemples comparatifs.

La Fig. 3 est un graphique illustrant de combien la température des parties centrales des articles moulés et la température d'un environnement de cuisson ont accru dans des étapes de cuisson dans les exemples et dans les exemples comparatifs.

La Fig. 4 est un graphique illustrant de combien la température des parties centrales des articles moulés et la température d'un environnement de cuisson ont accru dans des étapes de cuisson dans les exemples et dans les exemples eomparatifs.

La Fig. 5 est une vue simplifiée explicative pour montrer les sites auxquels la porosité et le diamètre des

pores d'un corps de structure poreuse en nid d'abeille dans l'exemple 1 ont été mesurés.

La Fig. 6 est un graphique montrant les résultats de la mesure de la porosité du corps de structure poreuse en nid d'abeille dans l'exemple 1 à divers sites entre la partie centrale et la partie périphérique.

La Fig. 7 est un graphique montrant les résultats de la mesure du diamètre des pores du corps de structure poreuse en nid d'abeille dans l'exemple 1 à divers sites entre la partie centrale et la partie périphérique.

DESCRIPTION DETAILLEE DU MODE DE REALISATION PREFERE

(0024) On décrira maintenant de manière détaillée un mode de réalisation de la présente invention.

1. Corps de structure poreuse en nid d'abeille

(0025) Le présent corps de structure poreuse en nid d'abeille est dirigé vers un corps de structure poreuse en nid d'abeille ayant des parois de séparation contenant de la cordiérite comme phase cristalline principale et ayant une porosité de 40 à 75 % et un diamètre moyen des pores de 10 à 50 µm, et à une caractéristique telle que la porosité et le diamètre moyen du pore des parois de séparation dans la partie centrale du corps de structure en nid d'abeille sont plus grands que la porosité et le diamètre des pores des parois de séparation dans la partie périphérique du corps de structure en nid d'abeille.

(0026) La réduction de la perte de pression et l'amélioration de l'aptitude à l'épuration peuvent être effectivement atteintes tout en maintenant la résistance isostatique requise au moment du maintien du corps de

structure en nid d'abeille dans un coffret. C'est-à-dire que l'on peut produire un corps de structure en nid d'abeille ayant une résistance isostatique plus grande et une résistance plus élevée non seulement contre la rupture dans les parois périphériques dû au choc physique qui peut être appliqué à celles-ci par risque jusqu'à ce que le corps de structure en nid d'abeille soit reçu dans un coffret, mais également le choc dû aux vibrations après réception dans le coffret, comparé à celui ayant le même diamètre de pore, mais pas de différence pratique dans le diamètre des pores entre la partie périphérique et la partie centrale, puisque le diamètre des pores et la porosité dans la partie périphérique sont plus petits que ceux dans la partie centrale.

(0027) Dans la présente invention, la porosité de la paroi de séparation est ajustée à l'intérieur d'une plage de 40 à 75 %, puisqu'une augmentation de la perte de pression est considérable lorsqu'elle est en dessous de 40 % et, d'autre part, une réduction de la résistance isostatique est considérable lorsqu'elle dépasse 75 %. Pour cette raison, dans la présente invention, les porosités de toutes les parois de séparation sont, de préférence, de 50 à 75 %, plus préférablement de 57 à 70 %, et encore plus préférablement de 65 à 70 %.

(0028) En outre, dans la présente invention, on devrait faire que la porosité des parois de séparation dans la partie centrale du corps de structure en nid d'abeille soit plus grande que la porosité des parois de séparation dans la partie périphérique du corps à structure en nid-d'abeilles, de préférence, d'au moins 2 %, plus préférablement d'au moins 3 %, encore plus préférablement d'au moins 5 % en termes de valeur

absolue, avec pour effet que la réduction de la perte de pression devient remarquable. C'est-à-dire que la porosité dans la partie centrale est de 52 à 72 %, de préférence de 55 à 73 %, plus préférablement de 68 à 75 %. Tant que la porosité du corps de structure en nid d'abeille comme un tout est à l'intérieur de la plage précédemment mentionnée, toutefois, une faible déviation à partir des figures précédemment mentionnées due aux conditions de fabrication devrait toujours se trouver à l'intérieur du niveau autorisable dans la présente invention.

(0029) En outre, dans la présente invention, de combien la porosité change de la partie périphérique vers la partie centrale n'est pas particulièrement limité. Toutefois, il est préféré que la porosité change, de préférence, de manière continue de la partie périphérique vers la partie centrale. Ceci provient du fait que l'on peut produire un corps de structure en nid d'abeille ayant une résistante thermique élevée et une résistance au choc élevée en changeant continuellement la porosité. De plus, dans ce cas, il est préféré que la quantité de changement de la porosité dans la partie jusqu'aux parois de séparation formant une série de cellules placées à une position 1/3 de la distance depuis la périphérie la plus à l'extérieur jusqu'à l'axe central du corps de structure en nid d'abeille soit, de préférence, de 30 % ou plus élevée, particulièrement, plus préférablement de 50 % ou plus élevée de la quantité de changement totale de la porosité entre la périphérie la plus à l'extérieur et le centre du corps de structure en nid d'abeille, du point de vue de la réduction efficace de la perte de pression.

(0030) Par ailleurs, dans la présente invention, le diamètre moyen des pores des parois de séparation est contrôlé à l'intérieur d'une plage de 10 à 50 µm. Ceci provient du fait qu'une augmentation de la perte de pression est susceptible de se produire précédemment dû à l'obstruction des pores lorsque le diamètre moyen des pores est en dessous de 10 µm, mais une réduction de l'efficacité de la collecte de particules devient considérable lorsqu'elle dépasse 50 µm. Pour cette raison, dans la présente invention, le diamètre moyen des pores des parois de séparation est, de préférence, de 15 à 40 µm, plus préférablement de 20 à 35 µm, et encore plus préférablement de 25 à 30 µm.

(0031) En outre, dans la présente invention, le diamètre des pores des parois de séparation dans la partie centrale du corps de structure en nid d'abeille est plus grand que le diamètre des pores des parois de séparation dans la partie périphérique la plus à l'extérieur du corps de structure en nid d'abeille, de préférence d'au moins 2 µm, plus préférablement d'au moins 3 µm, encore plus préférablement d'au moins 5 µm. Ceci provient du fait que l'effet de réduction devient remarquable, en constituant le diamètre des pores comme mentionné ci-dessus. C'est-à-dire que le diamètre des pores dans la partie centrale est de 12 à 52 µm, de préférence de 17 à 42 µm, plus préférablement de 25 à 37 µm. Tant que le diamètre moyen des pores du corps de structure en nid d'abeille comme un tout se trouve à l'intérieur de la plage précédemment mentionnée, toutefois, une faible déviation à partir des figures précédemment mentionnées due aux conditions de

fabrication devrait toujours se trouver à l'intérieur d'un niveau autorisable dans la présente invention.

(0032) En outre, dans la présente invention, il n'y a pas de limitation particulière dans la manière de savoir comment le diamètre des pores change de la partie périphérique vers la partie centrale. Toutefois, il est préféré que le diamètre des pores change continuellement de la partie périphérique vers la partie centrale, puisqu'on peut obtenir une résistance thermique élevée et une résistance au choc élevée en faisant ceci. De plus, dans ce cas, il est préférable d'effectuer le changement du diamètre moyen des pores dans la partie située entre les parois de séparation de la partie périphérique la plus à l'extérieur et les parois de séparation formant une série de cellules placées à une position à 1/3 de la distance depuis la périphérie la plus à l'extérieur vers l'axe central du corps de structure en nid d'abeille de 30 % ou plus grand que le changement comme un tout ; plus préférablement effectuer le changement dans cette partie plus grande que préférable, encore plus préférablement de 50 % ou plus grande que le changement comme un tout, du point de vue de la réduction effective de la perte de pression.

(0033) En outre, dans la présente invention, les constituants de la paroi de séparation ne sont pas particulièrement limités sauf que son composant essentiel est la cordiérite. La cordiérite peut être une cordiérite orientée, une cordiérite non orientée, une cordiérite α-cristalline, une cordiérite β-cristalline ou analogues.

(0034) De plus, les parois de séparation peuvent également contenir d'autres phases cristallines telles que mullite, zircone, titanate d'aluminium, carbure de

silicium lié avec argile, zircone, spinel, indialite, saphirine, corundum et titane. Ces phases cristallines peuvent être contenues seules ou en combinaison de deux ou plus simultanément.

(0035) Toutefois, dans la présente invention, un coefficient de dilatation thermique des matériaux bruts constituant les parois de séparation est, de préférence, de $1,0 \times 10^{-6}$ /° C ou moins à une température située entre 40° C et 800° C, du point de vue de l'amélioration de la résistance au choc sous une température élevée pendant l'utilisation à une température plus élevée.

(0036) De plus, dans la présente invention, la forme du corps de structure en nid d'abeille n'est pas également particulièrement limité, et peut être, par exemple un cylindre ayant des surfaces d'extrémité circulaires ou ovales, un prisme ayant des surfaces d'extrémité ayant la forme d'un polygone tel qu'un triangle ou un carré, ou le cylindre ou le prisme dont les côtés sont incurvés sous la forme d'une patte de chien. En outre, la forme du trou de passage n'est également particulièrement pas limitée et sa section transversale peut avoir une forme polygonale telle qu'un carré ou un octogone, une forme circulaire ou une forme ovale.

(0037) De plus, on peut produire un filtre en nid d'abeille depuis le corps à structure en nid-d'abeilles de la présente invention en bouchant aux différentes faces d'extrémité alternativement une pluralité de trous de passage dans les ouvertures. Dans ce cas, il n'y pas de limitation particulière concernant l'agent de bouchage pour boucher les ouvertures et celui-ci peut être tout agent de bouchage utilisable de manière classique.

(0037) On peut produire un corps catalytique monolithique depuis le corps de structure en nid d'abeille de la présente invention en chargeant les parois de séparation du corps avec un catalyseur. Dans le cas où le corps de structure en nid d'abeille est utilisé comme support pour un corps de catalyseur, il est préférable d'avoir un corps de structure en nid d'abeille ayant une densité de cellule de 0,9 à 233 cellules/cm^2 (6 à 1 500 cellules/$pouce^2$), et une épaisseur de paroi de séparation de 50 à 300 µm. De plus, la longueur du support en nid d'abeille dans sa direction axiale, c'est-à-dire dans la direction de l'écoulement des gaz d'échappement est habituellement de 60 à 300 mm, de préférence de 100 à 250 mm.

(0037) On peut former une couche d'absorption sur le support en nid d'abeille. Un adsorbant tel que l'alumine ayant une surface spécifique élevée ou un adsorbant contenant de la zéolite comme composant principal est habituellement, de préférence, utilisé. Il n'existe aucune limitation spéciale concernant la zéolite et, ainsi, la zéolite que l'on trouve naturellement ou la zéolite synthétique peut être utilisée. Toutefois, il est préférable d'utiliser celle ayant un rapport Si/Al de 40 ou plus, du point de vue de la stabilité thermique, de la durabilité, et de l'hydrophobicité. On peut utiliser, de préférence, par exemple ZSM-5, USY, β-zéolite, silicalite, métarosilicate, ou analogues.

(0037) Le composant ou les composants du catalyseur peuvent être chargés directement sur le corps à structure en nid d'abeille, ou via la couche d'adsorption.

(0038) Le corps de structure poreuse en nid d'abeille décrit ci-dessus de la présente invention peut

être produit par un procédé qui sera décrit par la suite ou par d'autres procédés.

2. Procédé de fabrication d'un corps de structure poreuse en nid d'abeille

(0039) Dans un procédé pour fabriquer le corps de structure poreuse en nid d'abeille de la présente invention, tout d'abord, un article moulé ayant une structure en nid d'abeille est fabriqué par l'utilisation d'une motte contenant un matériau brut de formation de cordiérite comme matériau brut principal et au moins du carbone comme agent de formation de pore.

(0040) Comme matériau brut de formation de cordiérite utilisé dans la présente invention, ceux qui sont obtenus en mélangeant un composant de source de silice (SiO2) tel que kaolin, talc, quartz, silice fondue ou mullite, un composant de source d'oxygène de magnésium (MgO) tel que le talc ou la magnésite, et un composant de source d'alumine (Al_2O_3) tel que kaolin, oxyde d'aluminium ou hydroxyde d'aluminium de façon à obtenir la composition théorique d'un cristal de cordiérite sont généralement utilisés. Toutefois, dans certaines applications, ceux dont les compositions sont délibérément changées par rapport à la composition théorique, ou ceux qui contiennent du mica, du quartz, Fe_2O_3, CaO, Na_2O ou K_2O comme impuretés peuvent également être utilisés. En variante, ceux ayant des types, des proportions et des diamètres de particule des constituants contrôlés tout en maintenant la composition théorique de façon à contrôler la porosité et le diamètre des pores moyen d'un corps de structure en nid d'abeille qui doivent être obtenus peuvent également être utilisés.

(0041) Des exemples illustratifs du carbone contenu comme agent de formation de pore dans la présente invention incluent le graphite et le charbon activé. Le graphite peut être utilisé comme agent de formation de pore qui est cuit à une température située entre 600 à 1 200°C, et le charbon activé peut être utilisé comme agent de formation de pore qui est cuit à des températures de 400 à 1 200°C. De plus, dans la présente invention, le carbone est incorporé dans la motte en une quantité de 5 % ou plus en masse, de préférence de 7 % ou plus en masse, plus préférablement de 10 % ou plus en masse. Lorsque la quantité de carbone incorporée comme agent de formation de pore est en dessous de 5 % en masse, il est difficile d'amener le carbone à être contenu dans la partie centrale de l'article moulé qui doit être éliminée par cuisson à une température de 1200°C ou plus élevée, même si une vitesse d'augmentation de la température au moment de la cuisson est contrôlée, entraînant, en conséquence, des problèmes tels que la porosité et le diamètre moyen des pores dans la partie centrale du corps de structure en nid d'abeille ne peuvent pas être rendus plus larges, comparé à ceux dans la partie périphérique du corps de structure en nid d'abeille. Ainsi, les déchirements dus au retrait de cuisson se produisent souvent dans le corps de structure en nid d'abeille.

(0042) Toutefois, lorsqu'un séchage diélectrique est effectué dans une étape de séchage, le carbone est incorporé, de préférence, en une quantité de 25 % ou moins en masse, plus préférablement de 23 % ou moins en masse, encore plus préférablement de 21 % ou moins en masse, de façon à empêcher une conductivité excessive.

(0043) Dans la présente invention, d'autres matériaux peuvent également être incorporés comme agent de formation de pore. Des exemples illustratifs de ces matériaux incluent une résine malléable, une résine mousseuse, de la farine de froment, de l'amidon, une résine phénolique, un méthacrylate de polyméthyle, un polyéthylène, et un téréphthalate de polyéthylène.

(0044) Par ceux-ci, puisque la résine mousseuse telle qu'une micro-capsule acrylique est initialement creuse, elle est préférable en ce qu'un corps de structure en nid d'abeille à porosité élevée peut être obtenu avec l'utilisation d'une faible quantité de celle-ci.

(0045) Toutefois, lorsqu'une résine malléable qui est éliminée par cuisson à une température plus faible que le carbone est ajoutée en une quantité importante, les pores sont formés à une température relativement basse à mesure que la température augmente, et un environnement dans lequel le carbone cuit facilement est formé, de sorte qu'il devient difficile de contrôler la vitesse d'augmentation de la température. De ce fait, la résine malléable est, de préférence, incorporée dans une motte en une quantité en dessous de 5 % en masse, plus préférablement de 3 % ou moins en masse.

(0046) Dans la présente invention, comme nécessaire, d'autres additifs tels qu'un liant et un dispersant peuvent être incorporés dans une motte.

(0047) Les exemples illustratifs du liant incluent cellulose de méthyle hydroxypropyle, cellulose de méthyle, cellulose hydroxyéthyle, cellulose de méthyle carboxylique, et un alcool polyvinylique. Les exemples illustratifs du dispersant incluent éthylène glycol,

dextrine, savon d'acide gras, et un polyalcool. Ces additifs peuvent être utilisés seul ou en combinaison de deux ou plus en conformité aux buts.

(0048) Dans la présente invention, un procédé pour préparer une motte n'est pas particulièrement limité. A titre d'exemple, une motte peut être fabriquée en ajoutant 5 à 40 parties en masse de l'agent de formation de pore complet inclusif du carbone, 10 à 40 parties en masse d'eau et facultativement 3 à 5 parties en masse d'un liant et 0,5 à 2 parties en masse d'un dispersant à 100 parties en masse du matériau brut de formation de cordiérite et en malaxant ces matériaux ensemble.

(0049) En outre, comme procédé de fabrication d'un article moulé ayant une structure en nid d'abeille avec l'utilisation d'une motte ainsi obtenue, on peut utiliser le moulage par extrusion, le moulage par injection ou le moulage par presse, par exemple. Parmi ceux-ci, le moulage par extrusion est le préféré, puisqu'il facilite le moulage continu et peut amener les cristaux de cordiérite à s'orienter de façon à communiquer une faible expansion thermique à l'article moulé.

(0050) Comme procédé de séchage de l'article moulé, le séchage par air chaud, le séchage par micro-ondes, le séchage diélectrique, le séchage sous pression réduite, le séchage sous vide ou la congélation peuvent être utilisés, par exemple. Particulièrement, il est préférable de sécher l'article moulé dans une étape de séchage comprenant une combinaison du séchage par air chaud et du séchage par micro-ondes ou du séchage diélectrique, du fait que l'article moulé complet peut être rapidement et uniformément séché.

(0051) Ensuite, dans la présente invention, l'article moulé séché est cuit en élevant une température d'environnement de cuisson à une vitesse à laquelle le carbone se trouvant dans la partie centrale de l'article moulé est éliminé par cuisson à l'intérieur d'une température s'étalant de 1 200°C (inclus) à 1 430°C (non inclus) comme température de la partie centrale de l'article moulé.

(0052) Comme on l'a décrit ci-dessus, avec une vitesse d'augmentation de la température à laquelle le carbone se trouvant dans la partie centrale de l'article moulé est éliminé par cuisson à une température en dessous de 1 200°C, les pores des parois de séparation dans les parties centrale et périphérique dans un corps de structure en nid d'abeille qui doit être obtenu présentent le même diamètre de pore ou les déchirements dus au retrait de cuisson se produisent dans le corps de structure en nid d'abeille , de sorte que le corps de structure en nid d'abeille qui doit être obtenu ne peut pas être utilisé comme corps de structure en nid d'abeille. D'autre part, avec une vitesse d'augmentation de la température à laquelle le carbone se trouvant dans la partie centrale de l'article moulé n'est pas totalement éliminé par cuisson même à une température dépassant 1 430°C, la cordiérite constituant les parois de séparation est fondue, entraînant, en conséquence, le bouchage ou l'obstruction des pores ou des déchirements dus au retrait de cuisson des parois de séparation dans le corps de structure en nid d'abeille qui doit être obtenu.

(0053) Pour déterminer la vitesse d'augmentation de température de l'environnement de façon à cuire le

carbone se trouvant dans la partie centrale de l'article moulé à une température de 1 200°C à en dessous de 1 400°C comme température de la partie centrale de l'article moulé, celle-ci doit être déterminée en considérant la totalité des facteurs tels que la teneur en carbone, la teneur en oxygène dans l'environnement de cuisson, les types et contenus des autres agents de formation de pore et la dimension de l'article moulé de manière compréhensible.

(0054) Par exemple, lorsque la teneur en carbone est faible, une vitesse d'augmentation de la température d'environnement jusqu'à ce que la température de la partie centrale de l'article moulé atteigne au moins 1 200°C doit être rapide puisque tout le carbone est susceptible d'être éliminé par cuisson avant que la température de la partie centrale de l'article moulé n'atteigne 1 200°C. De manière similaire, lorsque la teneur en oxygène dans l'environnement de cuisson est riche, la vitesse d'augmentation de température de l'environnement jusqu'à ce que la température de la partie centrale de l'article moulé atteigne au moins 1 200°C doit également être rapide puisque l'élimination par cuisson du carbone est accélérée.

(0055) D'autre part, lorsque l'article moulé qui doit être cuit est d'une grande dimension, la vitesse d'augmentation de la température de l'environnement jusqu'à ce que la température de la partie centrale de l'article moulé atteigne au moins 1 200°C doit être lente puisqu'une quantité d'oxygène qui doit être délivrée dans la partie centrale est faible.

(0056) Par ailleurs, lorsqu'un autre agent de formation de pore tel qu'une résine malléable est

contenu, une température à laquelle la résine malléable est éliminée par cuisson est de 300 à 400°C, qui est inférieure à la température à laquelle le carbone est éliminé par cuisson. De ce fait, à une température à laquelle le carbone commence à cuire, les pores sont déjà formés dû à l'élimination par cuisson de la résine malléable, et un environnement dans lequel l'élimination du carbone peut être accélérée est déjà formé. En conséquence, lorsque l'autre agent de formation des pores tel que la résine malléable ou analogues est contenu, plus grand sera la teneur en agent de formation de pore, plus rapide sera la vitesse de l'augmentation de la température de l'environnement. Bien sûr, on peut cuire un article moulé en choisissant une vitesse d'augmentation à température correcte à l'intérieur d'une plage allant de 20 à 60°C/hr, en prenant en compte la dimension de l'article moulé qui doit être cuit, le type, la quantité, ou analogues, de l'agent de formation des pores.

(0057) Plus spécifiquement, par exemple, lorsqu'un corps de structure en nid d'abeille ayant une porosité de 57 à 61 % et une dimension de ϕ190,5 mm × L203,2 mm à ϕ266,7 mm × L305,0 mm est fabriqué par l'utilisation d'un matériau brut contenant 10 parties en masse de charbon activé et 2 parties en masse de résine malléable sur la base de 100 parties en masse du matériau brut de formation de cordiérite, un article moulé est, de préférence, cuit à une vitesse d'augmentation de température de l'environnement située entre 400°C et 1 150°C de 30 à 35°C/hr (lorsque l'article moulé est cuit à la même vitesse d'augmentation de température). En outre, lorsqu'un corps de structure en nid d'abeille

ayant une dimension plus grande de ϕ305,0 mm × L356,0 mm est fabriqué, un article moulé est, de préférence, cuit à une vitesse d'augmentation de température d'environnement située entre 400°C et 1 150°C de 20 à 30°C/hr.

(0058) De plus, par exemple, lorsqu'un corps de structure en nid d'abeille ayant une porosité de 65 à 70 % et une dimension de ϕ144,0 mm × L152,0 mm est fabriqué par l'utilisation d'un matériau brut contenant 10 parties en masse de charbon activé et 2,2 à 2,6 parties en masse de résine malléable basé sur 100 parties en masse du matériau brut de formation de cordiérite, un article moulé est, de préférence, cuit à une vitesse d'augmentation de température de l'environnement située entre 400°C et 1 150°C de 50 à 90°C/hr (lorsque l'article moulé est cuit à la même vitesse d'augmentation de la température). De plus, lorsque le graphite est utilisé comme agent de formation des pores à la place du charbon activé, la vitesse d'augmentation de la température ci-dessus peut être appliquée à des températures d'environnement allant de 400°C à 1 150°C ou allant de 600°C à 1 150°C.

(0059) De plus, les changements de porosité et de diamètre moyen des pores depuis la périphérie la plus à l'extérieur vers l'axe central peuvent être rendus importants près de la périphérie la plus à l'extérieur en rendant la vitesse d'augmentation de la température d'environnement élevée et peuvent être rendus graduels depuis la partie périphérique jusqu'à la partie centrale en rendant la vitesse d'augmentation de température faible.

Exemples

(0060) On décrira de plus la présente invention en se référant à des exemples. Toutefois, la présente invention ne devra pas être limitée par ces exemples de quelque façon que ce soit.

1. Procédé d'Evaluation

(0061) Des corps de structure en nid d'abeille obtenus dans les exemples et dans les exemples comparatifs suivants ont été évalués en conformité avec les procédés suivants :

(1) Diamètre de Pore

(0062) Comme cela est représenté à la Fig. 2, un diamètre des pores d'une partie de paroi de séparation (que l'on appellera par la suite "partie centrale") placée à un point milieu A de l'axe central X ou un corps à structure en nid-d'abeilles ou à une position la plus proche du point milieu et un diamètre des pores d'une paroi de séparation (que l'on appellera par la suite "partie périphérique") placée à une position B qui est la plus à l'extérieur à partir du point milieu dans une direction perpendiculaire à l'axe central ont été mesurés par l'utilisation d'un porosimètre à injection de mercure fabriqué par Micromeritics Corporation.

(2) Porosité

(0063) Un volume total des pores dans les parties centrale et périphérique du corps de structure en nid d'abeille a été mesuré par l'utilisation d'un porosimètre

à injection de mercure fabriqué par Micromeritics Corporation, et la porosité a été calculée à partir du volume total des pores, avec un poids spécifique absolu de cordiérite de 2,52 g/cc.

(3) Perte de pression de collecte de suie

(0064) Tout d'abord, contre les deux surfaces d'extrémité de chacun des corps de structure en nid d'abeille obtenu dans les exemples et les exemples comparatifs, une bague ayant un diamètre interne de ϕ215,0 mm a été pressée et, à travers les bagues, de la suie générée par un générateur de suie a été amenée à s'écouler dans une portée de ϕ215,0 mm du corps de structure en nid d'abeille pour collecter 33 g de suie. Ensuite, de l'air à 6,2 Nm^3/min a été amené à s'écouler avec la suie collectée sur le corps de structure en nid d'abeille et une différence de pression entre les deux côtés du corps de structure en nid d'abeille a été mesurée pour évaluer une perte de pression du corps de structure en nid d'abeille ayant la suie collectée sur celui-ci.

(4) Résistance Isostatique

(0065) Tout d'abord, les deux côtés du corps de structure en nid d'abeille ont été recouverts d'une plaque métallique ayant le même diamètre que celui du corps de structure en nid d'abeille, les plaques métalliques ont été fixées avec un tuyau en caoutchouc ayant le même diamètre que celui du corps de structure en nid d'abeille, et une borne en caoutchouc a été appliquée sur et autour des tuyaux en caoutchouc pour fermer de manière étanche le corps de structure en nid d'abeille

contre l'entrée de l'eau. Ensuite, le corps de structure en nid d'abeille fermé de manière étanche à été immergé dans l'eau, une pression d'eau a été élevée jusqu'à ce que le corps de structure en nid d'abeille soit rompu et une résistance isostatique (MPa) a été évaluée sur la base de la pression de l'eau à laquelle le corps de structure en nid d'abeille a été rompu.

(5) Procédé de détermination pour le rapport d'élévation de la perte de pression

(0065) Chacun des corps de catalyseur préparés en chargeant les corps de structure en nid d'abeille respectifs obtenus dans l'exemple 9 et dans l'exemple comparatif 11 avec un catalyseur a été placé dans un coffret métallique, respectivement. Ensuite, de l'air chaud ayant une température de 400° C a été admis à s'écouler dans chacun des corps de catalyseur en coffret à un débit de 13 m^3/min. La différence de pression entre la partie d'orifice d'entrée et la partie d'orifice de sortie a été mesurée pour obtenir la perte de pression A1. La même procédure a été répétée en utilisant des corps de structure en nid d'abeille respectifs en coffret dans lesquels aucun catalyseur n'a été chargé pour obtenir la perte de pression A2. Le rapport d'élévation de la perte de pression est obtenu à partir de l'équation suivante :

Rapport d'élévation de la perte de pression = (A1-A2)/A2×100.

(6) Test sur l'efficacité d'épuration des gaz d'échappement

(0065) Chacun des corps de catalyseur préparés comme échantillon pour la détermination de la perte de pression a été également utilisé pour la détermination de l'efficacité de l'épuration. L'efficacité de l'épuration du gaz d'échappement a été évaluée en utilisant un moteur diesel de 5 litres. Les gaz d'échappement provenant du moteur ont été conduit dans chacun des corps de catalyseur. La concentration en HC dans les gaz d'échappement à l'orifice d'entrée du corps de catalyseur, B1 et la concentration en HC dans les gaz d'échappement à son orifice de sortie, B2 ont été déterminées. L'efficacité de l'épuration a été calculée à partir de l'équation suivante :

Efficacité d'épuration = (B1-B2)/B1×100.

2. Exemples, exemples comparatifs, et leurs évaluations.

(0066) Comme cela est représenté à la ligne 1 du Tableau 1, 39,8 % en masse de talc (diamètre de particule moyen : 21 µm), 18,5 % en masse de kaolin (diamètre de particule moyen : 11 µm), 14,0 % en masse d'alumine (diamètre de particule moyen : 7 µm), 15,2 % en masse d'hydroxyde d'aluminium (diamètre de particule moyen : 2 µm) et 12,5 % en masse de silice (diamètre de particule moyen : 25 µm), ont été mélangés ensemble de façon à fabriquer un matériau brut de formation de cordiérite.

(0067) Ensuite, sur la base de 100 parties en masse du matériau brut de formation de cordiérite, 10,0 parties en masse de carbone (graphite) (diamètre de particule moyen : 53 µm), 2,0 parties en masse d'une résine malléable (diamètre de particule moyen : 50 µm), 4 parties en masse d'un liant, 0,5 parties en masse d'un

agent tensioactif et 31 parties en masse d'eau ont été chargées dans un malaxeur et ensuite malaxées pendant 60 minutes de façon à obtenir un corroi.

(0068) Ensuite, la motte obtenue a été chargé dans un broyeur sous vide et malaxé de façon à fabriquer une motte cylindrique, et la motte est ensuite chargée dans une extrudeuse pour être moulé en une forme de nid d'abeille. Ensuite, après avoir été soumis au séchage diélectrique, l'article moulé a été totalement séché par séchage par air chaud et ses deux faces d'extrémité ont été découpées à une dimension donnée.

(0069) Ensuite, les ouvertures des trous de passage de l'article en nid d'abeille séché ont été bouchées à une position alternativement différente aux deux faces d'extrémité pour l'utilisation d'une suspension constituée d'un matériau brut de formation de cordiérite de la même composition.

(0070) Enfin, l'article a été cuit à une température de 600 à 1 150°C au sein d'une concentration d'oxygène de 10 à 15 % en volume en conformité avec un programme de température représenté à la ligne 1 dans du Tableau 2 de façon à obtenir un corps de structure en nid d'abeille (filtre en nid d'abeille) ayant une dimension de ϕ229,0 mm × L305,0 mm, une épaisseur de paroi de séparation de 300 µm et 46,5 × 10^{-2}/mm^2 (300 cellules/pouce^2).

(Exemple 2)

(0071) Un corps de structure en nid d'abeille (filtre en nid d'abeille) a été obtenu de la même manière que dans l'exemple 1 sauf, qu'un article moulé a été cuit en conformité avec un programme de température représenté à la ligne 2 du Tableau 2.

(Exemple 3)

(0072) Un corps de structure en nid d'abeille (filtre en nid d'abeille) a été obtenu de la même manière que dans l'exemple 1 sauf qu'un article moulé a été cuit en conformité avec un programme de température représenté à la ligne 3 du Tableau 2.

(Exemple Comparatif 2)

(0073) Un corps de structure en nid d'abeille (filtre en nid d'abeille) a été obtenu de la même manière que dans l'exemple 1, sauf que, comme représenté à la ligne 2 du Tableau 1, de la silice avec un diamètre de particule moyen de 35 µm a été utilisée et sur la base de 100 parties en masse du matériau brut de formation de cordiérite, 20,0 parties en masse de carbone (graphite), 1,5 parties en masse de résine malléable, 4 parties en masse de liant, 0,5 partie en masse d'agent tensioactif et 34 parties en masse d'eau ont été chargées dans un malaxeur et ensuite malaxées pendant 60 minutes de façon à obtenir une motte.

(Exemple 3)

(0074) Un corps de structure en nid d'abeille (filtre en nid d'abeille) a été obtenu de la même manière que dans l'Exemple 1 sauf que comme représenté à la ligne 2 du Tableau 1, de la silice avec un diamètre de particule moyen de 35 µm a été utilisée et sur la base de 100 parties en masse du matériau brut de formation de

cordiérite, 20,0 parties en masse de carbone (graphite), 1,5 parties en masse de résine malléable, 4 parties en masse de liant, 0,5 partie en masse d'agent tensioactif et 34 parties en masse d'eau ont été chargées dans un malaxeur et malaxées pendant 60 minutes de façon à obtenir une motte et un article moulé a été cuit en conformité avec un programme de température représenté à la ligne 2 du Tableau 2.

(Exemple Comparatif 3)

(0075) Un corps de structure en nid d'abeille (filtre en nid d'abeille) a été obtenu de la même manière que dans l'exemple 1 sauf que, comme représenté à la ligne 2 du Tableau 1, de la silice avec un diamètre de particule moyen de 35 µm a été utilisée et sur la base de 100 parties en masse du matériau brut de formation de cordiérite, 20,0 parties en masse de carbone (graphite), 1,5 parties en masse de résine malléable, 4 parties en masse de liant, 0,5 partie en masse d'agent tensioactif et 34 parties en masse d'eau ont été chargées dans un malaxeur et malaxées pendant 60 minutes de façon à obtenir une motte, et l'article moulé a été cuit en conformité avec un programme de température représenté à la ligne 3 du Tableau 2.

(Exemple 4)

(0076) Un corps de structure en nid d'abeille (filtre en nid d'abeille) a été obtenu de la même manière que dans l'exemple 1 sauf que, comme représenté à la ligne 3 du Tableau 1, de la silice avec un diamètre de particule moyen de 35 µm a été utilisé et sur la base de 100 parties en masse du matériau brut de formation de cordiérite, 5,0 parties en masse de carbone (graphite), 3,0 parties en masse de résine malléable, 4 parties en

masse de liant, 0,5 partie en masse d'agent tensioactif et 30 parties en masse d'eau ont été chargées dans un malaxeur et malaxées pendant 60 minutes de façon à obtenir un corroi, et un article moulé a été cuit en conformité avec un programme de température représenté à la ligne 4 du Tableau 2.

(Exemple Comparatif 4)

(0077) Un corps de structure en nid d'abeille (filtre en nid d'abeille) a été obtenu de la même manière que dans l'exemple 1 sauf que, comme représenté à la ligne 3 du Tableau 1, de la silice avec un diamètre de particule moyen de 35 µm a été utilisée et sur la base de 100 parties en masse du matériau brut de formation de cordiérite, 5,0 parties en masse de carbone (graphite), 3,0 parties en masse de résine malléable, 4 parties en masse de liant, 0,5 partie en masse d'agent tensioactif et 30 parties en masse d'eau ont été chargées dans un malaxeur et malaxées pendant 60 minutes de façon à obtenir une motte et un article moulé a été cuit en conformité avec un programme de température représenté à la ligne 3 du Tableau 2.

(Exemple Comparatif 5)

(0078) Un corps de structure en nid d'abeille (filtre en nid d'abeille) a été obtenu de la même manière que dans l'exemple 1 sauf que comme représenté à la ligne 3 du Tableau 1, de la silice avec un diamètre de particule moyen de 35 µm a été utilisée et sur la base de 100 parties en masse du matériau brut de formation de cordiérite, 5,0 parties en masse de carbone (graphite), 3,0 parties en masse de résine malléable, 4 parties en masse de liant, 0,5 partie en masse d'agent tensioactif et 30 parties en masse d'eau ont été chargées dans un

malaxeur et malaxées pendant 60 minutes de façon à obtenir une motte et un article moulé a été cuit en conformité avec un programme de température représenté à la ligne 1 du Tableau 2.

Tableau 1

Composition de Préparation

N°	Matériau Brut de Formation de Cordiérite (% en poids)					Carbone (Parties en masse)	Résine malléable (Parties en masse)	Eau (Parties en masse)	Liant (Parties en masse)	Agent tensioactif (Parties en masse)
	Talc	Kaolin	Alumine	Hydroxyde d'Aluminium	Silice					
1	39,8 (21)	18,5 (11)	14,0 (7)	15,2 (2)	12,5 (25)	10,0 (53)	2,0 (50)	31	4	0,5
2	39,8 (21)	18,5 (11)	14,0 (7)	15,2 (2)	12,5 (35)	20,0 (53)	1,5 (50)	34	4	0,5
3	39,8 (21)	18,5 (11)	14,0 (7)	15,2 (2)	12,5 (35)	5,0 (53)	3,0 (50)	30	4	0,5

Nota : les nombres entre parenthèses signifient les diamètres de particule moyen (µm)

2003/0039

Tableau 2

Conditions de Cuisson

N°	Vitesse d'augmentation de température de l'environnement (° C/hr)												Vitesse de Refroidissement de l'environnement (° C/hr)		Durée de Cuisson (hr)
	RT à 200	à 300	à 600	à 900	à 1 000	1 000	à 1 150	à 1 200	à 1 300	à 1 400	à 1 425	1 425	à 1 200	à 100	
1	30	4	10	35	35	0	35	5	70	50	20	7	50	200	108,4
2	30	4	10	20	20	0	20	5	70	50	20	7	50	200	120,2
3	30	4	10	20	10	10	50	50	70	50	20	7	50	200	121,7
4	30	4	10	60	60	0	60	5	70	50	20	7	50	200	101,8

2003/0039

(Résultats de l'évaluation)

(0079) Comme pour l'efficacité de la collecte de la suie, bien que non spécifiquement représenté au Tableau 3, un rendement de collecteur de suie de 95 à 98 % qui a été satisfaisant du point de vue pratique à été atteint dans les exemples et dans les exemples comparatifs.

(1) Exemples 1 et 2 et exemple comparatif 1

(0080) Ces exemples et l'exemple comparatif sont les mêmes en ce que l'article moulé en nid d'abeille a été fabriqué par l'utilisation d'une motte contenant 10,0 parties en masse de carbone (graphite) et 2,0 parties en masses de résine malléable sur la base de 100 parties en masse du matériau brut de formation de cordiérite et différent en ce que les articles moulés ont été cuits en conformité avec les programmes de température représentés aux lignes 1 à 3 du Tableau 2, respectivement.

(0081) Comme représenté dans le Tableau 3, dans l'exemple 1 dans lequel l'article moulé a été cuit à une vitesse d'augmentation de température de l'environnement de 35° C/hr entre 600°C et 1 150°C et l'exemple 2 dans lequel l'article moulé a été cuit à une vitesse d'augmentation de température de l'environnement de 20° C/hr entre 600°C et 1 150°C, le carbone (graphite) a été totalement éliminé par cuisson à des températures s'étalant de 1 200°C à une température inférieure à 1 430°C, à savoir à 1 290°C (température d'une partie centrale de l'article moulé) dans l'exemple 1 et à 1 220°C (température d'une partie centrale de l'article moulé) dans l'exemple 2, et les corps de structure en nid d'abeille peuvent être obtenus sans fissure de cuisson. En outre, dans la totalité des corps de structure en nid d'abeille obtenus, un diamètre des pores et une porosité

d'une partie centrale étaient plus grand que ceux d'une partie périphérique d'au moins 2 µm et d'au moins 2 %, respectivement. En conséquence, en dépit des résistances isostatiques importantes qui ne sont pas inférieures à 2,9 MPa, les pertes de pression de collecte de suie étaient aussi faibles que 5,9 kpa ou plus faibles. Plus particulièrement, dans l'exemple 1 dans lequel la vitesse d'augmentation de la température de l'environnement entre 600°C et 1 150°C était rapide, un diamètre des pores et la porosité d'une partie centrale étaient plus grands que ceux d'une partie périphérique de 5 µm et 5 %, respectivement, et une perte de pression de collecte de suie était particulièrement faible d'une valeur de 5,2 kpa.

(0082) Par ailleurs, dans l'exemple comparatif 1 dans lequel l'article moulé a été cuit dans des conditions de cuisson habituellement utilisées, à savoir que l'article a été cuit à une vitesse d'augmentation de température de l'environnement de 20°C/hr entre 600°C et 900°C et de 10°C/hr entre 900°C et 1 000°C et ensuite maintenu à 1 200°C pendant 10 heures, le carbone dans la partie centrale de l'article moulé a été éliminé par cuisson à 1 160°C (température de la partie centrale de l'article moulé), et des fissures de cuisson ont été observées dans le corps de structure en nid d'abeille obtenu. Ainsi, le corps de structure en nid d'abeille obtenu n'est pas utilisable de manière pratique comme filtre en nid d'abeille.

(0083) En outre, eu égard au corps de structure en nid d'abeille obtenu dans l'exemple 1, un diamètre des pores et une porosité de la paroi de séparation placée à chaque 28,6 mm depuis le point milieu A (centre) de l'axe

central dans une direction perpendiculaire à l'axe central ont été mesurés comme cela est représenté à la Fig. 5. Il s'ensuit que l'on a trouvé que la porosité et le diamètre des pores changeaient continuellement depuis la partie périphérique vers la partie centrale et que les valeurs de changement de porosité de diamètre des pores entre la partie périphérique et la paroi de séparation qui forment une cellule placée à 1/3 depuis la périphérie la plus à l'extérieur, de la longueur entre la périphérie la plus à l'extérieur et l'axe central correspondait à 71 % et 69 % des valeurs totales des changements, respectivement, comme cela est représenté aux Figs. 6 et 7.

(2) Exemple 3 et exemples comparatifs 2 et 3

(0084) Cet exemple et les exemples comparatifs sont les mêmes en ce que le corps de structure en nid d'abeille (filtre en nid d'abeille) a été fabriqué par l'utilisation d'une motte contenant 20,0 parties en masse de carbone et 1,5 parties en masse de résine malléable sur la base de 100 parties en masse de matériau brut de formation de cordiérite (dans lequel le carbone n'est pas facilement éliminé par cuisson jusqu'à ce que la température de la motte atteigne une température plus élevée que la plage de température de l'exemple 1 précédent) et différent en ce que les articles moulés ont été cuits en conformité avec des programmes de température représentés aux lignes 1 à 3 du Tableau 2, respectivement.

(0085) Comme cela est représenté au Tableau 3, dans l'exemple 3 dans lequel l'article moulé a été cuit à une vitesse d'augmentation de température de l'environnement de 20° C/hr entre 600°C et 1 150°C, le carbone dans la

partie centrale de l'article moulé a été éliminé par cuisson à des températures s'étalant de 1 200°C à une valeur inférieure de 1 430°C, à savoir, à 1 350°C (température de la partie centrale de l'article moulé), et le corps de structure en nid d'abeille peut être obtenu sans fissure de cuisson. De plus, les différences de diamètre et de porosité entre la partie centrale et la partie périphérique du corps de structure en nid d'abeille obtenu étaient très importantes, tel que 7 µm et 6 %, respectivement. En conséquence, en dépit d'une résistance isostatique importante de 2,9 Mpa, une perte de pression de collecte de suie a été très faible d'une valeur de 5,0 kpa.

(0086) Par ailleurs, dans l'exemple comparatif 2 dans lequel l'article moulé a été cuit à une vitesse d'augmentation de température de l'environnement de 35° C/hr entre 600°C et 1 150°C, le carbone dans une partie centrale de l'article moulé a été éliminé par cuisson à une température qui n'est pas inférieure à 1 430°C, à savoir 1 445°C (température de la partie centrale de l'article moulé) qui était le point de fusion de la cordiérite et le corps de structure en nid d'abeille obtenu avec des parties de fissure de cuisson dues à la fusion d'une paroi de séparation n'étaient pas utilisable dans la pratique en tant que corps de structure en nid d'abeille. De plus, dans l'exemple comparatif 3 dans lequel l'article moulé a été cuit dans des conditions de cuisson utilisées généralement de manière classique, à savoir, l'article a été cuit à une vitesse d'augmentation de température de l'environnement de 20° C/hr entre 600°C et 900°C et de 10° C/hr entre 900° C et 1 000°C et ensuite maintenu à 1 000° C pendant 10 heures, le carbone

dans une partie centrale de l'article moulé a été éliminé par cuisson à 1 135° C (température de la partie centrale de l'article moulé), et une fissure de cuisson a été observée dans le corps de structure en nid d'abeille obtenu.

(3) Exemple 4 et exemples comparatifs 4 et 5

(0087) Cet exemple et les exemples comparatifs sont les mêmes en ce que le corps de structure en nid d'abeille (filtre en nid d'abeille) était fabriqué par l'utilisation d'une motte contenant 5,0 parties en masse de carbone et 3,0 parties en masse de résine malléable sur la base de 100 parties en masse de matériau brut de formation de cordiérite (dans lequel le carbone est facilement éliminé par cuisson à une température inférieure à la plage de température de l'exemple 1 précédent) et différent en ce que les articles moulés ont été cuit en conformité avec des programmes de température représentés aux lignes 1, 3 et 4 du Tableau 2, respectivement.

(0088) Comme cela est représenté au Tableau 3, dans l'exemple 4 dans lequel l'article moulé a été cuit à une vitesse d'augmentation de température de l'environnement de 60°C/hr entre 600°C et 1 150°C, le carbone dans la partie centrale de l'article moulé a été éliminé par cuisson à des températures s'étalant de 1 200°C à une température inférieure de 1 430°C, à savoir, à 1 285°C (température de la partie centrale de l'article moulé), et le corps de structure en nid d'abeille peut être obtenu sans fissure de cuisson. De plus, les différences de diamètre des pores et de porosité entre la partie centrale et la partie périphérique du corps de structure en nid d'abeille obtenu étaient très importantes tel que

3 µm et 3 %, respectivement. En conséquence, bien qu'une résistance isostatique importante de 2,8 Mpa, qui est presque satisfaisante du point de vue de la pratique a été obtenue, une perte de pression de collecte de suie a été très faible d'une valeur de 5,2 kpa.

(0089) Par ailleurs, dans l'exemple comparatif 4 dans lequel l'article moulé a été cuit dans des conditions de cuisson utilisées généralement de manière classique, à savoir, l'article a été cuit à une vitesse d'augmentation de température de l'environnement de 20° C/hr entre 600°C et 900°C, et de 10° C/hr entre 900°C et 1000°C et ensuite maintenu à 1 000°C pendant 10 heures, le carbone dans une partie centrale de l'article moulé a été éliminé par cuisson avant que la température de l'article moulé n'atteigne une plage de température dans laquelle le retrait de cuisson était significatif, à savoir, à 950° C (température de la partie centrale de l'article moulé). En outre, bien qu'aucune fissure de cuisson n'ait été observée dans le corps de structure en nid d'abeille obtenu, il n'y avait pas de différence de diamètre des pores et de porosité entre la partie périphérique et la partie centrale du corps de structure en nid d'abeille. Ainsi, bien qu'une résistance isostatique de 2,8 Mpa qui était similaire à celle de l'exemple 3 était obtenue, une perte de pression de collecte de suie était de 5,9 kpa, qui a été plus grande que dans l'exemple 3. De plus, dans l'exemple comparatif 5 dans lequel l'article moulé a été cuit à une vitesse d'augmentation de l'environnement de 35° C/hr entre 600° C et 1 150° C, le carbone dans une partie centrale de l'article moulé a été éliminé par cuisson à 1 150° C (température de la partie centrale de l'article moulé),

et des fissures de cuisson ont été observées dans le corps de structure en nid d'abeille obtenu.

TABLEAU 3

Exemples et Exemples Comparatifs

	N° de Préparation	Programme de Temp. de cuisson	Temp. à laquelle le Graphite a été éliminé par cuisson	Fissure de cuisson	Diamètre des Pores (µm)		Porosité (%)		Perte de Pression en Collecte de Suie (Kpa)	Résistance Isostatique (MPa)
					Partie périphérique	Partie centrale	Partie périphérique	Partie centrale		
Exemple 1	1	1	1 290	Non Observée	19	24	59	64	5,2	2,9
Exemple 2	1	2	1 220	Non Observée	19	21	59	61	5,9	3
Exemple Comparatif 1	1	3	1 160	Observée	19	20	59	60	-	-
Exemple Comparatif 2	2	1	1 445	Observée	18	-	60	-	-	-
Exemple 3	2	2	1 350	Non Observée	18	25	60	66	5,0	2,9
Exemple Comparatif 3	2	3	1 135	Observée	18	19	60	61	-	-
Exemple 4	3	4	1 285	Non Observée	21	24	61	64	5,2	2,8
Exemple Comparatif 4	3	3	950	Non Observée	21	21	61	61	5,9	2,9
Exemple Comparatif 5	3	1	1 150	Observée	21	22	61	62	-	-

2003/0039

(Exemples 5 à 7 et exemples comparatifs 6 et 7)

(0090) Des corps de structure en nid d'abeille (filtre en nid d'abeille) ont été produits de la même manière que dans l'exemple 1, sauf que les articles moulés en nid d'abeille qui ont été cuits ayant des dimensions de ϕ143,8 mm × L152,4 mm (ϕ5,66 pouces × L6,0 pouce), ϕ190,5 mm × L203,2 mm (ϕ7,5 pouces × L8,0 pouce), ϕ228,6 mm × L203,2 mm (ϕ9,0 pouces × L8,0 pouces), ϕ266,7 mm x L304,8 mm (ϕ10,5 pouces x L12,0 pouces) et ϕ304,8 mm × L355,6 mm (ϕ12,0 pouces × L14,0 pouces) ont été fabriqués et que ces articles ont été cuits en conformité avec un programme de température représenté à la ligne 5 du Tableau 4.

Tableau 4

Conditions de Cuisson (2)

N°	Vitesse d'augmentation de Température de l'environnement (° C/hr)														Vitesse de Refroidissement de l'environnement (° C/hr)		Durée de Cuisson (hr)
	RT à 120	à 190	190	à 300	à 400	à 600	à 800	à 1 150	à 1 200	à 1 300	à 1 350	à 1 400	à 1 425	1 425	à 1 200	à 100	
5	30	20	12	4	7	10	35	35	0	70	70	30	25	7	50	200	127,5
6	30	20	12	4	7	10	30	20	2	70	50	50	20	7	50	200	141,0

2003/0039

(Résultats des évaluations)

(0091) Comme cela est représenté à la Fig. 3, dans l' exemple comparatif 6 dans lequel l'article moulé ayant une dimension de ϕ143,8 mm × L152,4 mm (ϕ5,66 pouces × L6,0 pouces) a été cuit, un pic indiquant que le carbone dans la partie centrale de l'article moulé a été éliminé par cuisson à 1 080°C (température de la partie centrale de l'article moulé) à laquelle la température de retrait de cuisson était important a été reconnu. En outre, dans l'exemple comparatif 7 dans lequel l'article moulé ayant une dimension de ϕ304,8 mm × L355,6 mm (ϕ12,0 pouces × L14,0 pouces) a été cuit, un pic indiquant que le carbone dans une partie centrale de l'article moulé a été éliminé par cuisson à environ 1 310° C (température de la partie centrale de l'article moulé) a été reconnu.

(0092) A l'opposé, dans les exemples 5 à 7 dans lesquels les articles moulés ayant des dimensions de ϕ190,5 mm × L203,2 mm (ϕ7,5 pouces × L8,0 pouces), ϕ228,6 mm × L203,2mm (ϕ9,0 pouces × L8,0 pouces) et ϕ266,7 mm × L304,8 mm (ϕ10,5 pouces × L12,0 pouces), ont été cuits, des pics indiquant que le carbone dans les parties centrales des articles moulés ont été éliminés par cuisson à des températures s'étalant de 1 200°C à une température inférieure à 1 430°C, à savoir, à 1 220° C, 1 250°C et 1 290°C (températures des parties centrales des articles moulés), respectivement, ont été reconnus.

(Exemple 8 et exemples comparatifs 8 à 10)

(0093) Des corps de structure en nid d'abeille (filtre en nid d'abeille) ont été produits de la même manière que dans l'exemple 1, sauf que les articles

moulés en nid d'abeille qui ont été cuits ayant des dimensions de ϕ143,8 mm x L152,4 mm (ϕ5,66 pouces x L6,0 pouces), ϕ190,5 mm x L203,2 mm (ϕ7,5 pouces x L8,0 pouces), ϕ228,6 mm x L203,2 mm (ϕ9,0 pouces x L8,0 pouces) et ϕ266,7 mm x L304,8 mm (ϕ10,5 pouces x L12,0 pouces) ont été fabriqués et en que ces articles moulés ont été cuits en conformité avec un programme de température représenté à la ligne 6 du Tableau 4.

(Résultats des évaluations)

(0094) Comme cela est représenté à la Fig. 4, dans les exemples comparatifs 9 et 10 dans lesquels les articles moulés ayant des dimensions de ϕ190,5 mm x L203,2 mm (ϕ7,5 pouces x L8,0 pouces) et 228,6 mm x L203,2 mm ((ϕ9,0 pouces x L8,0 pouces) ont été cuits, respectivement, des pics indiquant que le carbone dans les parties centrales des articles moulés ont été éliminés par cuisson à 1 130°C et 1 190°C (température des parties centrales des articles moulés) à laquelle un retrait de cuisson était important ont été reconnus. En outre, dans l'exemple comparatif 8 dans lequel l'article moulé ayant une dimension de ϕ143,8 mm x L152,4 mm (ϕ5,66 pouces x L6,0 pouces), a été cuit, un pic indiquant que le carbone dans une partie centrale de l'article moulé a été éliminé par cuisson à 990° C (température de la partie centrale de l'article moulé) a été reconnu.

(0095) A l'opposé, dans l'exemple 8 dans lequel l'article moulé ayant une dimension de ϕ266,7 mm x L304,8 mm (ϕ10,5 pouces x L12,0 pouces) a été cuit, un pic indiquant que le carbone dans une partie centrale de l'article moulé a été éliminé par cuisson à des températures s'étalant de 1 200°C à une température

inférieure à 1 430°C, à savoir, à 1 310°C, (température de la partie centrale de l'article moulé), a été reconnu.

(Exemple 9)

(0093) Des corps de structure en nid d'abeille (support pour catalyseur) ayant la dimension de ϕ229,0 mm x L152,0 mm, l'épaisseur des parois de séparation de 300 µm et la densité de cellule de 300 cellules/pouce^2 ont été fabriqués de la même manière que dans l'exemple 1, sauf qu'aucun bouchage des ouvertures aux faces d'extrémité n'a été effectué. Chacun de ces corps de structure en nid d'abeille ainsi préparé a été chargé à 500 g d'un mélange d'alumine ayant une surface spécifique élevée et Pt contenant un catalyseur d'oxydation pour obtenir un corps de catalyseur, respectivement. Le diamètre des pores dans la partie périphérique et le diamètre dans la partie centrale du corps de catalyseur obtenu étaient de 14 µm et 19 µm, respectivement. La porosité dans la partie périphérique et celle dans la partie centrale du corps du catalyseur obtenu étaient de 54 % et 59 %, respectivement.

(Exemple comparatif 11)

(0093) Des corps de structure en nid d'abeille (support pour catalyseur) ayant la dimension de ϕ229,0 mm x L152,0 mm, l'épaisseur des parois de séparation de 300 µm et la densité de cellule de 300 cellules/pouce^2 ont été fabriqués de la même manière que dans l'exemple comparatif 4, sauf qu'aucun bouchage des ouvertures des faces d'extrémité n'a été effectué. Chacun des corps de structure en nid d'abeille ainsi préparé a été chargé à 500 g d'un mélange d'alumine ayant une surface spécifique élevée et Pt contenant un catalyseur d'oxydation pour obtenir un corps de catalyseur, respectivement. Le

diamètre des pores dans la partie périphérique et le diamètre dans la partie centrale du corps de catalyseur obtenu étaient de 15 µm et 15 µm, respectivement. La porosité dans la partie périphérique et celle dans la partie centrale du corps du catalyseur obtenu étaient de 55 % et 55 %, respectivement.

Tableau 5

	N° de motte	Programme de Cuisson	Temp. à laquelle le graphite est éliminé par cuisson	Fissure de Cuisson	Diamètre des Pores *1 (µm)		Porosité *1 (%)		Rapport d'augmentation de la perte de pression (%)	Effets d'épuration de gaz d'échappement (%)	Résistance isostatique (MPa)
					Partie périphérique	Partie centrale	Partie périphérique	Partie centrale			
Exemple 9	1	1	1 270° C	Non Observée	14	19	54	59	5	70	5,8
Exemple Comparatif 11	3	3	910° C	Non Observée	15	15	55	55	11	58	5,5

Remarque : *1 représente les données après chargement du catalyseur.

2003/0039

(Résultats des évaluations)

(0081) Comme cela est représenté au Tableau 5, dans le cas où le corps du catalyseur préparé en chargeant un corps de structure en nid d'abeille en conformité avec l'exemple 9 avec un catalyseur, la résistance isostatique du corps du catalyseur était aussi grande que 5,8 MPa en raison de l'obtention d'une porosité plus élevée et de l'augmentation de la quantité de catalyseur chargé obtenue depuis l'obtention d'un diamètre de corps plus grand puisque le corps de structure en nid d'abeille avait un diamètre de pore et une porosité d'une partie centrale plus grands que ceux d'une partie périphérique de 4 μm et 4 %, respectivement, comparé à ceux dans la partie périphérique. En conséquence, en dépit de pertes de pression de collecte de suie importantes, celles-ci était aussi faible que 5,9 kpa ou plus petites. En outre, la vitesse d'augmentation de la perte de pression était aussi faible que 5 % et l'efficacité d'épuration des gaz d'échappement était aussi grande que 70 %. Par ailleurs, dans le cas du corps de catalyseur préféré en chargeant un corps de structure en nid d'abeille ayant un diamètre des pores et une porosité dans la partie centrale égaux à ceux dans la partie périphérique en conformité avec l'exemple comparatif 11 avec un catalyseur, la résistance isostatique du corps du catalyseur était de 5,5 Mpa, qui était beaucoup plus faible que celle du corps de structure en nid d'abeille en conformité avec l'exemple 9. En outre, le taux d'augmentation de la perte de pression était de 11 %, et l'efficacité d'épuration des gaz d'échappement était de 58 %, les deux étant inférieures à ceux de l'exemple 9.

(0096) Comme décrit ci-dessus, en conformité avec la présente invention, un corps de structure poreuse en nid d'abeille capable de satisfaire une perte de pression et une résistance isostatique qui sont des propriétés mutuellement contradictoires simultanément et appropriées pour une utilisation particulièrement dans un filtre pour collecter et supprimer les particules dans les gaz d'échappement, ou un support pour les catalyseurs d'épuration pour décomposer et supprimer NOx et HC dans les gaz d'échappement de même que des procédés pour fabriquer le corps de structure poreuse en nid d'abeille peuvent être proposés.

REVENDICATIONS

1. Corps de structure poreuse en nid d'abeille comportant des parois de séparation qui contiennent de la cordiérite comme phase cristalline principale et présentent une porosité de 40 à 75 % et un diamètre de pore moyen de 10 à 50 µm, dans lequel la porosité et le diamètre de pore moyen dans une partie centrale du corps de structure en nid d'abeille sont plus grands que ceux dans une partie périphérique du corps de structure en nid d'abeille.

2. Corps de structure en nid d'abeille selon la revendication 1, dans lequel la porosité dans la partie centrale du corps de structure en nid d'abeille est plus grande que celle dans la partie périphérique du corps de structure en nid d'abeille d'au moins 2 %, et le diamètre de pore moyen dans la partie centrale du corps de structure en nid d'abeille est plus grand que celui dans la partie périphérique du corps de structure en nid d'abeille d'au moins 2 µm.

3. Corps de structure en nid d'abeille selon la revendication 1 ou 2, dans lequel la porosité dans la partie centrale du corps de structure en nid d'abeille est plus grande que celle dans la partie périphérique du corps de structure en nid d'abeille d'au moins 3 %.

4. Corps de structure en nid d'abeille selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel le diamètre de pore moyen dans la partie centrale du corps de structure en nid d'abeille est plus grand que celui dans la partie périphérique du corps de structure en nid d'abeille d'au moins 3 µm.

5. Procédé pour utilisation du corps de structure en nid d'abeille selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, comme filtre pour filtrer des matériaux délétères ou comme support pour charger un catalyseur d'épuration des gaz d'échappement.

6. Procédé de fabrication d'un corps de structure poreuse en nid d'abeille, qui comprend les étapes, à savoir :

préparer un article moulé ayant une structure en nid d'abeille par l'utilisation d'une motte contenant un matériau brut de formation de cordiérite comme matériau brut principal et du carbone en une quantité d'au moins 5 parties en masse sur la base de 100 parties en masse du matériau brut de formation de cordiérite,

sécher et ensuite cuire l'article moulé dans lequel, sur cuisson de l'article moulé, une température de l'environnement est accrue à une vitesse à laquelle le carbone se trouvant dans une partie centrale de l'article moulé est éliminé par cuisson à des températures de la partie centrale de l'article moulé qui s'étalent de 1 200°C à une valeur inférieure à 1 430°C.

7. Procédé selon la revendication 6, dans lequel la température de l'environnement est accrue à une vitesse de 20 à 60°C/hr à l'intérieur d'une plage de température de 400 à 1 150°C.

8. Procédé selon la revendication 6 ou 7, dans lequel la température de l'environnement est maintenue à l'intérieur d'une plage de température de 1 150 à 1 200°C pendant au moins 5 heures.

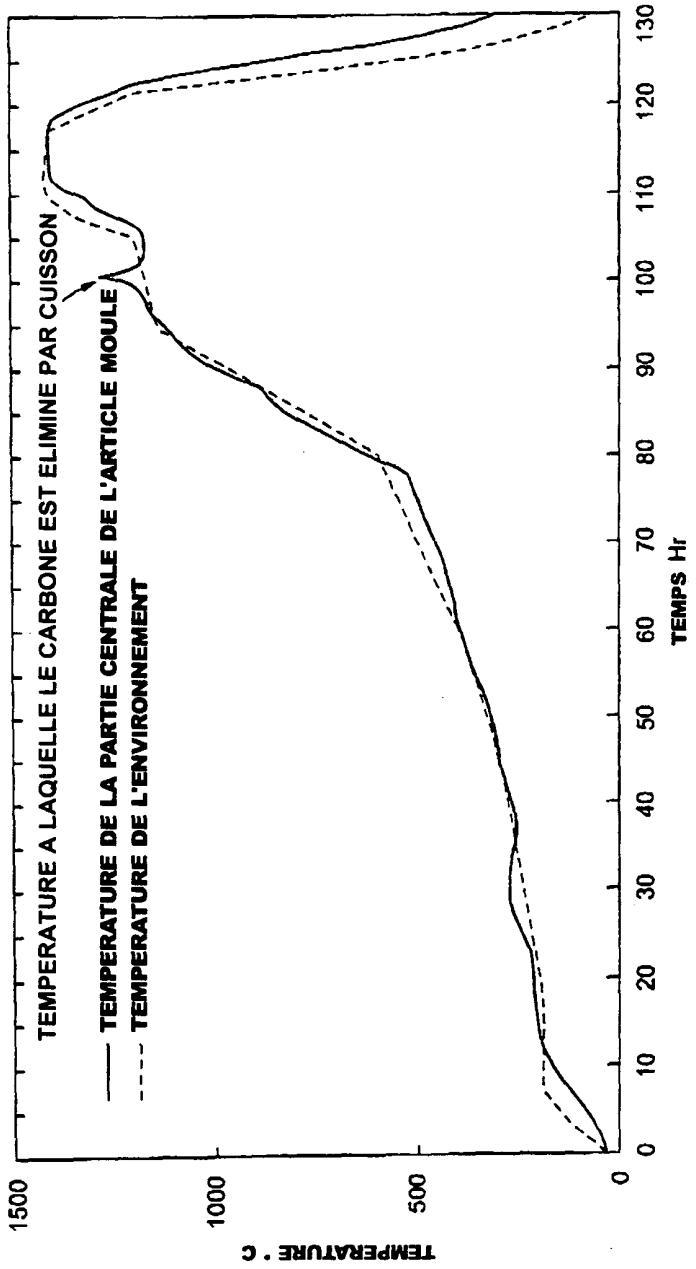
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 8, dans lequel une motte contenant du carbone en une quantité de 25 parties ou moins en masse

basé sur 100 parties en masse du matériau brut de formation de cordiérite est utilisé.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 9, dans lequel un environnement dans lequel l'article moulé est cuit comprend une température de l'environnement de 400 à 1 150°C et une concentration en oxygène de 7 à 17 % en volume.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 10, dans lequel une motte contenant une résine malléable en une quantité en dessous de 5 parties en masse sur la base de 100 parties en masse de matériau brut de formation de cordiérite est utilisé.

FIG. 1


TEMPERATURE A LAQUELLE LE CARBONE EST ELIMINE PAR CUISSON
TEMPERATURE DE LA PARTIE CENTRALE DE L'ARTICLE MOULE
TEMPERATURE DE L'ENVIRONNEMENT
TEMPERATURE . C
TEMPS Hr
1500
1000
500
0
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100
110
120
130

60

FIG. 2

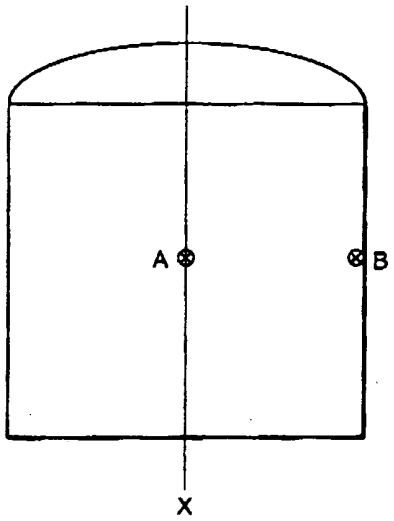


FIG. 3

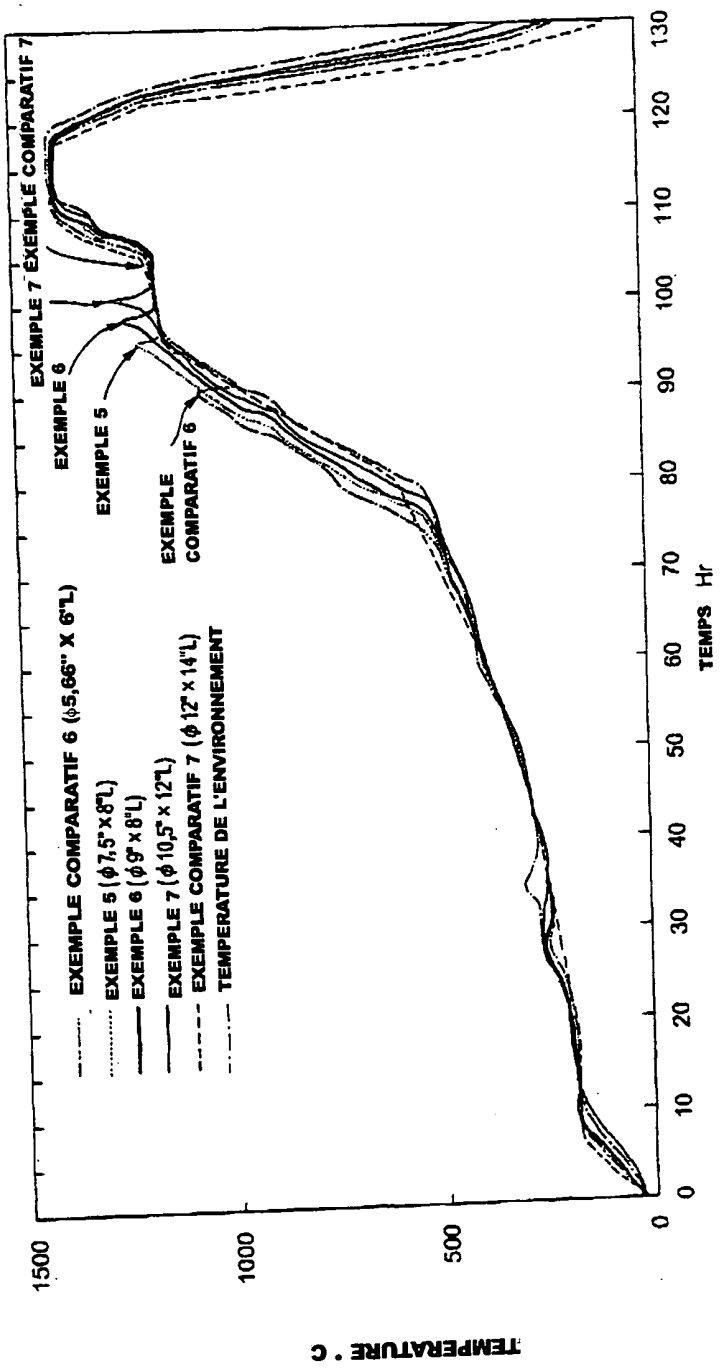

EXEMPLE COMPARATIF 7
EXEMPLE 6
EXEMPLE 5
EXEMPLE COMPARATIF 6
EXEMPLE COMPARATIF 6 (ϕ5,66" X 6"L)
EXEMPLE 5 (ϕ7,5"x8"L)
EXEMPLE 6 (ϕ9"x8"L)
EXEMPLE 7 (ϕ10,5"x12"L)
EXEMPLE COMPARATIF 7 (ϕ12"x14"L)
TEMPERATURE DE L'ENVIRONNEMENT
TEMPS Hr
TEMPERATURE . C
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100
110
120
130
500
1000
1500

FIG. 4

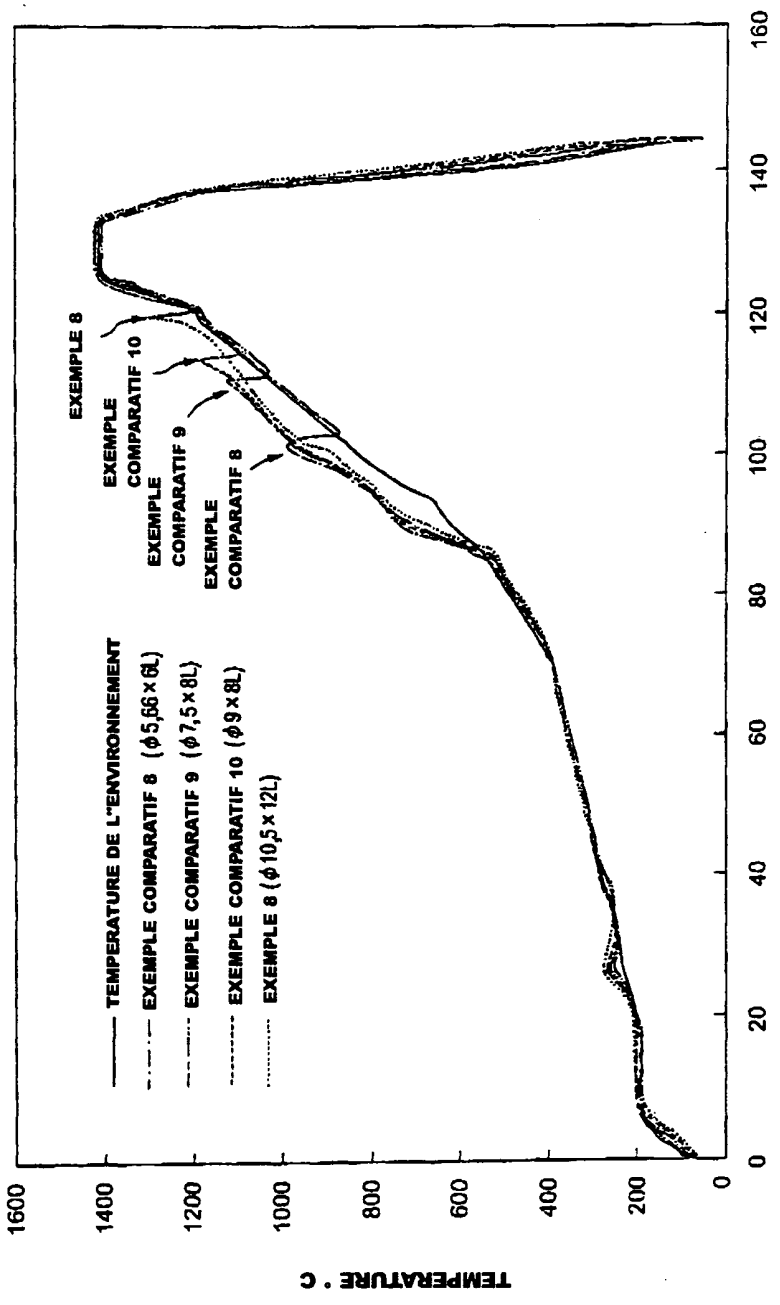

TEMPERATURE DE L'ENVIRONNEMENT
EXEMPLE COMPARATIF 8 (φ5,66×6L)
EXEMPLE COMPARATIF 9 (φ7,5×8L)
EXEMPLE COMPARATIF 10 (φ9×8L)
EXEMPLE 8 (φ10,5×12L)
EXEMPLE 8
EXEMPLE COMPARATIF 10
EXEMPLE COMPARATIF 9
EXEMPLE COMPARATIF 8
TEMPERATURE . C
TEMPS Hr
1600
1400
1200
1000
800
600
400
200
0
0
20
40
60
80
100
120
140
160

FIG. 5

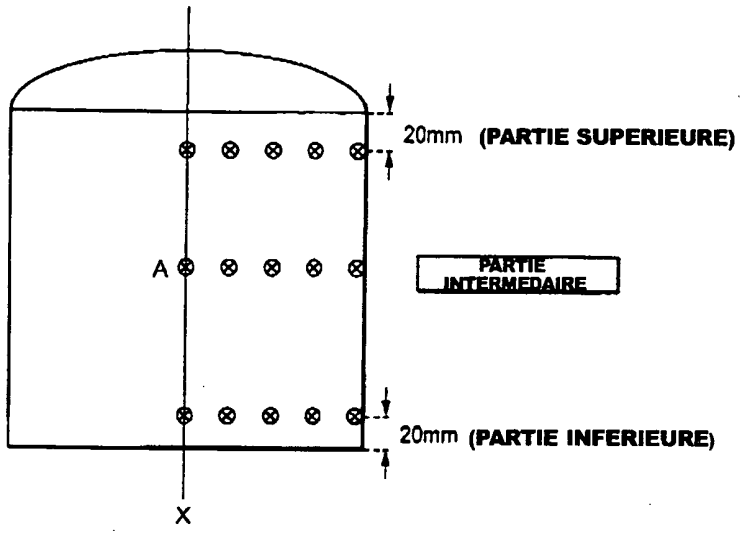

20mm (PARTIE SUPERIEURE)
A
PARTIE INTERMEDAIRE
20mm (PARTIE INFERIEURE)
X

FIG. 6

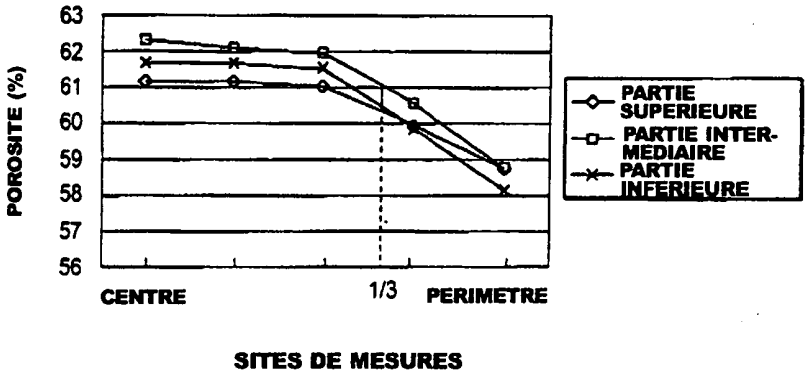
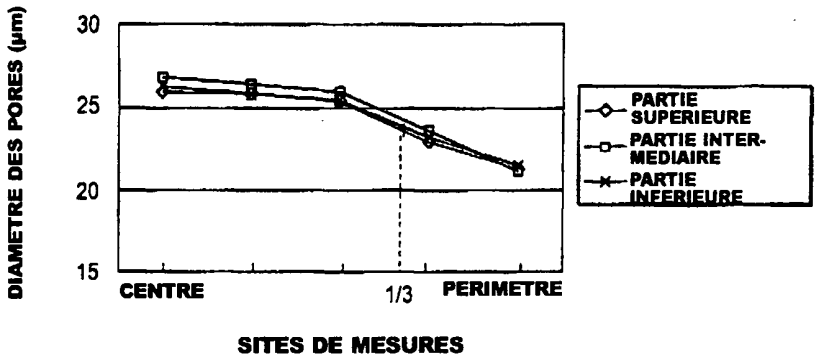

63
62
61
60
59
58
57
56
POROSITE (%)
CENTRE
1/3
PERIMETRE
SITES DE MESURES
PARTIE SUPERIEURE
PARTIE INTER-MEDIAIRE
PARTIE INFERIEURE

FIG. 7


DIAMETRE DES PORES (µm)
30
25
20
15
CENTRE
1/3
PERIMETRE
SITES DE MESURES
PARTIE SUPERIEURE
PARTIE INTER-MEDIAIRE
PARTIE INFERIEURE

ABREGE

CORPS DE STRUCTURE POREUSE EN NID D'ABEILLE, SON UTILISATION ET SON PROCEDE DE FABRICATION

Il est proposé un corps de structure poreuse en nid d'abeille capable de satisfaire une perte de pression et une résistance isostatique qui sont des propriétés mutuellement contradictoires simultanément et un procédé pour fabriquer celui-ci. Dans un corps de structure poreuse en nid d'abeille comportant des parois de séparation qui contiennent de la cordiérite comme phase cristalline principale et présentent une porosité de 40 à 75 % et un diamètre de pore moyen de 10 à 50 µm, la porosité et le diamètre de pore moyen dans une partie centrale du corps de structure en nid d'abeille sont rendus plus grands que la porosité et le diamètre de pore moyen dans une partie périphérique du corps de structure en nid d'abeille.

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

BO 8699
BE 200300039

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.

24-09-2009

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
US 2001003728	A1	14-06-2001	BE	1013469 A3	05-02-2002
			DE	10060659 A1	05-07-2001
			JP	4259703 B2	30-04-2009
			JP	2001162177 A	19-06-2001
US 4455336	A	19-06-1984	DE	3109295 A1	24-12-1981
			GB	2071639 A	23-09-1981
			JP	1403004 C	28-09-1987
			JP	56129043 A	08-10-1981
			JP	62006855 B	13-02-1987
WO 9932844	A1	01-07-1999	AT	368835 T	15-08-2007
			BR	9813730 A	10-10-2000
			CN	1282412 A	31-01-2001
			DE	69838183 T2	30-04-2008
			EP	1049904 A1	08-11-2000
			ID	25605 A	19-10-2000
			JP	2001527202 T	25-12-2001
			JP	2008285407 A	27-11-2008
US 6287509	B1	11-09-2001	AUCUN		

EPO FORM P0483

Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

Numero de la demande nationale

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

BO 8699
BE 200300039

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
X	US 2001/003728 A1 (ITO KEIJI [JP]; YAMADA MASANORI [JP]; NAKANISHI TOMOHIKO [JP]) 14 juin 2001 (2001-06-14) * alinéas [0038], [0043], [0045]; revendications; figure 2 *	1-5	INV. C04B38/00 B01D46/24 F01N3/022
X	US 4 455 336 A (OGAWA YUTAKA [JP]; ASAMI SEIICHI [JP]) 19 juin 1984 (1984-06-19) * colonne 1, ligne 44-49; exemple 1 *	1-5	
A	WO 99/32844 A1 (CORNING INC [US]) 1 juillet 1999 (1999-07-01) * page 5, ligne 23 - page 6, ligne 3 * * page 7, ligne 8-31 * * page 9, ligne 13-28 *	6-11	
A	US 6 287 509 B1 (GHEORGHIU TUDOR C [US]) 11 septembre 2001 (2001-09-11) * colonne 4, ligne 51 - colonne 5, ligne 22 *	1-11	

DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
C04B
B01D

Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
24 septembre 2009	Theodoridou, K

CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES

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

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

EPO FORM 1503 03.82 (P04C48)