

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2008年10月30日 (30.10.2008)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2008/129691 A1

- (51) 国際特許分類:
B01D 39/20 (2006.01) B28B 11/02 (2006.01)
F01N 3/02 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2007/066582
- (22) 国際出願日: 2007年8月27日 (27.08.2007)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2007-093854 2007年3月30日 (30.03.2007) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): イビデン株式会社 (IBIDEN CO., LTD.) [JP/JP]; 〒5038604 岐阜県大垣市神田町2丁目1番地 Gifu (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 阪下 敬一
- (54) 代理人: 恩田 博宣 (ONDA, Hironori); 〒5008731 岐阜県岐阜市大宮町2丁目12番地の1 Gifu (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD,

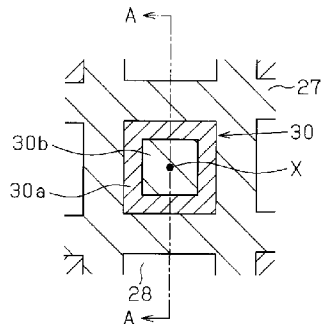
[続葉有]

(54) Title: HONEYCOMB FILTER

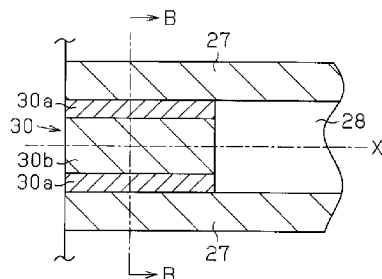
(54) 発明の名称: ハニカムフィルタ

[図5]

(a) B-B断面



(b) A-A断面



(a) B-B SECTION

(b) A-A SECTION

(57) Abstract: This invention provides a honeycomb filter (21) having a columnar honeycomb structure (23) comprising a plurality of cells (28) formed by partition in a honeycomb form with a cell wall (27), and a seal member (30) for sealing any one end of opening in each of the cells (28). In this honeycomb filter (21), the seal member (30) has a double structure having a peripheral area near the cell wall (27) and a central area near the center axis line (X) of the cell (28). The peripheral area is occupied by a clad (30a), and the central area is occupied by a core (30b). The clad (30a) and the core (30b) are different from each other in Young's modulus.

(57) 要約: セル壁 (27) によってハニカム形状に区画された複数のセル (28) を有する柱状のハニカム構造体 (23) と、セル (28) のいずれか一方の開口端部を封止する封止体 (30) とを備えてなるハニカムフィルタ (21) を構成した。このハニカムフィルタにおいて、封止体 (30) が、セル壁 (27) 近傍の周辺領域を占有するクラッド (30a) とセル (28) の中心軸線 (X) 近傍の中心領域を占有するコア (30b) とから構成された2重構造を有し、クラッド (30a) とコア (30b) のヤング率が相違する。



SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

明 細 書

ハニカムフィルタ

技術分野

[0001] 本発明は、ハニカムフィルタに関する。

背景技術

[0002] 近年においては、環境への影響を考慮し、内燃機関、ボイラー等の排気ガス中の粒子状物質等を排気ガス中から除去する必要性が高まっている。特にディーゼルエンジンから排出される黒鉛微粒子(以下PMという)の除去に関する規制は欧米、日本国内ともに強化される方向にある。そして、こうしたPMを除去するための捕集フィルタとして、DPF(Diesel Particulate Filter)と呼ばれる、ハニカム構造をなすハニカムフィルタが使用されている。ハニカムフィルタは、排気管の途上に設けられたケーシング内に收容されている。そのハニカムフィルタは、その長手方向に貫通するとともにセル壁により仕切られてなる多数のセルを有している。そして、隣接する一對のセルが、互いに反対側となる一方の端部で封止体により目封止され、そのハニカム構造体の端面(流入口側端面及び流出口側端面)全体に封止体が市松模様状に形成されている。こうした構造を有するハニカム構造体において、流入口側端面が目封止されていないセル、つまり流出口側端面で端部が目封止されているセルに排気ガスが流入し、その排気ガスは、多孔質のセル壁を通して隣のセル、つまり流入口側端面で端部が目封止されて流出口側端面が目封止されていないセルから排出される。このとき、セル壁が濾過フィルタとなり、例えばディーゼルエンジンから排出されるPMがセル壁に捕集される。このように、セル壁に捕集されたPMは、バーナやヒータ等の加熱手段、又は排気ガスの熱により、燃焼及び除去され、フィルタは再生される。

[0003] 従来より、例えば特許文献1に開示されるハニカムフィルタが知られている。特許文献1に開示されるハニカムフィルタは、セラミック粉末を主体とする封止用ペーストをセル端部に充填して、乾燥又は焼成することにより封止体を形成する方法について開示している。通常、封止用ペーストをセル端部に充填した後、振動を与え、封止用ペーストの均一化とセル壁との密着性の改善を図っている。しかしながら、走行時又は

フィルタ再生時のPM燃焼除去処理時に熱応力が上昇した場合、特許文献1の封止体とそれに隣接するセル壁とにクラックが発生しやすいという問題があった。その一方、封止体の気孔率を上げて封止体の弾性率を上げて、応力を緩和する方法を採用する場合には、封止体自体の耐熱性又は耐衝撃性等の強度の低下を招くおそれがあった。

- [0004] 特許文献2は、封止部材を予めハニカム構造体のセルの略断面形状に成形して、該封止部材をセル内に配置した後、封止部材とセルの隙間に接合材を充填してハニカムフィルタを形成する方法について開示している。接合材の主成分としては、接合性を向上させるためにハニカム構造体と封止部材の少なくとも一方の主成分と同一のものが用いられている。

特許文献1:特開2002-210723号公報

特許文献2:特開2004-168030号公報

発明の開示

- [0005] ところが、特許文献2に開示されるハニカムフィルタでは、封止体とセル壁との界面付近におけるクラック発生防止の観点からは未だ不十分であった。

そこで、本発明は、封止体においてセルの中心領域に対応するコアとそのセルの周辺領域に対応するクラッドとの間で特定の材料物性を相違させることにより、ハニカム構造体と封止体との界面における応力を抑制することができるという新たな知見に基づいて完成された。本発明の目的は、ハニカムフィルタにおいて封止体とセル壁との界面における熱応力を抑制することにある。

- [0006] 本発明の一実施形態は、セル壁によってハニカム形状に区画された複数のセルを有する柱状のハニカム構造体と、各セルの選択された一方の開口端部を封止する封止体とを備えるハニカムフィルタにおいて、前記封止体は、対応するセルの開口端部において、当該セルの周辺領域を占有するクラッドと、前記対応するセルの中心軸を含む中心領域を占有するコアとから構成され、該コアのヤング率と該クラッドのヤング率とが相違していることを特徴とする。

- [0007] 一例では、前記コアのヤング率は、前記クラッドのヤング率よりも高い。

一例では、前記コアは、前記セルの中心軸に対する垂直断面において20～80%

の面積比率である。

[0008] 一例では、前記コアは、前記セルの中心軸に対する垂直断面において略円形である。

一例では、前記ハニカム構造体は、第1の開口断面積を有する第1の複数のセルと、前記第1の開口断面積とは異なる第2の開口断面積を有する第2の複数のセルとを有し、前記第1の複数のセルと前記第2の複数のセルの一方が、前記コアと前記クラッドを有する前記封止体によって塞がれており、前記第1の複数のセルと前記第2の複数のセルの他方が、前記コアと前記クラッドを有する前記封止体とは異なる封止体によって塞がれている。

[0009] 一例では、前記第1の開口断面積は前記第2の開口断面積よりも大きく、前記封止体は、前記第1の複数のセルの開口端部に設けられる。

一例では、前記ハニカム構造体は、排ガスが流入する上流端部と、排ガスが流出する下流端部とを有し、前記封止体は、前記ハニカム構造体の前記下流端部において、前記複数のセルのうちから選択された複数のセルの開口端部に設けられる。

[0010] 一例では、前記封止体は、前記コアと前記クラッドの各々が多孔質セラミックからなる、2重構造のセラミック封止体である。

図面の簡単な説明

[0011] [図1]排気ガス浄化装置を示す概略図。

[図2]本発明の一実施形態のハニカムフィルタを示す断面図。

[図3]ハニカム部材を示す斜視図。

[図4]ケーシング内における、ハニカムフィルタを示す拡大断面図。

[図5]封止体の拡大断面図。(a)B-B断面図、(b)A-A断面図。

[図6]柱状部材挿入方法を用いた封止体の作製方法を示す拡大断面図。(a)クラッドを形成するための封止ペーストP1を充填する工程、(b)柱状部材を挿入する工程。

[図7]二色押出し法を用いた封止体の作製方法を示す拡大断面図。

[図8]別例のハニカムフィルタを示す拡大断面図。

[図9]コアの面積比率と最大応力との関係を示すグラフ。

発明を実施するための最良の形態

[0012] 以下、本発明のハニカムフィルタを、車両の排気ガス浄化装置に適用した実施形態について説明する。

まず排気ガス浄化装置の概略について説明する。なお、本実施形態の排気ガス浄化装置は自然着火方式を採用しており、排気ガスの熱により、捕集されたPMが再生処理されるものとしているが、自然着火方式に限定されず、どのような方法であってもよい。

[0013] 図1に示すように、排気ガス浄化装置10は、例えば、ディーゼルエンジン11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11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12の分岐部13がそれぞれ連結されている。各分岐部13は1本のマニホールド本体14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。

[0014] 排気マニホールド12の下流側には、金属材料からなる第1排気管15及び第2排気管16が配設されている。第1排気管15の上流側端は、マニホールド本体14に連結されている。第1排気管15と第2排気管16との間には、同じく金属材料からなる筒状のケーシング18が配設されている。ケーシング18の上流側端は第1排気管15の下流側端に連結され、ケーシング18の下流側端は第2排気管16の上流側端に連結されている。その結果、第1排気管15、ケーシング18及び第2排気管16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。

[0015] ケーシング18はその中央部が排気管15、16よりも内径が大きくなるように形成されている。従って、ケーシング18の内部領域は、排気管15、16の内部領域に比べて広くなっている。このケーシング18の内部に、ハニカムフィルタ21が收容されている。ハニカムフィルタ21の外周面とケーシング18の内周面との間には、ハニカムフィルタ21とは別体の断熱材（いわゆる保持シール材）19が配設されている。なお、ケーシング18の内部においてハニカムフィルタ21より上流側には、触媒担体71が收容されている。この触媒担体71の内部には従来公知の酸化触媒が担持されており、触媒担体71の内部において排気ガスが酸化処理される。そして、このときの酸化熱がハニカムフィルタ21の内部に伝導され、ハニカムフィルタ21の内部においてPMの再生

処理の際に寄与する。

[0016] 図2に示すように、このハニカムフィルタ21は、四角柱状をなす複数個(本実施形態では16個)のハニカム部材22よりなる円柱状のハニカム構造体23を有しており、その端部の所定箇所には封止体30が設けられている。本実施形態のハニカムフィルタ21は、押出成形により押出されるハニカム部材22と同形状をなすハニカム成形体を所定条件で乾燥し、乾燥したハニカム成形体の端部の所定箇所を後述の封止体で封止し、所定条件で乾燥及び焼成する。得られた複数個のハニカム焼成体を接合材24により結束させて集合体とし、所定条件で乾燥する。得られた集合体の断面を円形にすべく、集合体の外周部を切削加工する。その外周面に塗布層ペーストを塗布し、乾燥することにより塗布層41を形成する。このようにして、ハニカムフィルタ21が得られる。なお、本明細書で使用した用語「断面」は、ハニカムフィルタ21の軸線Qに垂直な断面を意味する(図1、図4参照)。接合材24は、無機バインダ、有機バインダ、無機繊維等を含有してなるものであり、従来公知の組成を利用することができる。

[0017] 図3に示すように、ハニカム部材22は、外周壁26と、外周壁26の内側に配置されたセル壁27とを有し、断面形状が正形状に形成されている。ハニカム部材22の外周壁26及びセル壁27を形成する材料、すなわちハニカム構造体23を形成する主な材料(主成分)としては、多孔質セラミックが挙げられる。なお、ここでいう「主成分」とは、ハニカム構造体23を形成する全成分中に50質量%以上含まれる成分をいう。「主成分」は80%以上含まれていることが好ましい。

[0018] この種の多孔質セラミックとしては、例えば、窒化アルミニウム、窒化珪素、窒化ホウ素、窒化チタン等の窒化物セラミック、炭化珪素、炭化ジルコニウム、炭化チタン、炭化タンタル、炭化タングステン等の炭化物セラミック、アルミナ、ジルコニア、コーージェライト、ムライト、シリカ、チタニア、チタン酸アルミニウム等の酸化物セラミック等のセラミック材料が挙げられる。これらは単独で使用されてもよく、二種以上を組み合わせで使用されてもよい。これらの中でも、耐熱性に優れるとともに耐熱衝撃性に優れるという観点から、炭化珪素、コーージェライト、チタン酸アルミニウムを採用するのが好ましい。

- [0019] ハニカム構造体23を形成する材料中には、例えばAl元素、Fe元素、B元素、Si元素及び遊離炭素よりなる他の成分が不純物として含有されてもよい。また、本実施形態のセル壁27には、白金族元素(例えばPt等)や、アルカリ金属、アルカリ土類金属等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てもよい。このような酸化触媒をセル壁27に担持した場合には、セル壁27の表面及び内部に捕集されたPMの燃焼温度を、酸化触媒の作用により低下させることができる。また、触媒によりNO_x等の有害物質を浄化することができる。
- [0020] ハニカム部材22は、セル壁27により区画されることにより長手方向に貫通され、該セル壁27によってハニカム形状に区画された断面略正形状の複数のセル28(貫通孔)を有している(図2, 3参照)。図4に示すように、各セル28は、一方の端面(上流側端面29A)から他方の端面(下流側端面29B)にかけて軸方向Qに貫通されており、流体としての排気ガスの流路となる。そして、各セル28の開口端部は、いずれか一方の端面(上流側端面29A, 下流側端面29B)の側において、封止体30により封止されている。従って、端面(上流側端面29A, 下流側端面29B)全体としてみると市松模様状を呈している。すなわち、多数あるセル28のうち、約半数のものは上流側端面29Aにおいて開口し、残りのものは下流側端面29Bにおいて開口している。
- [0021] 図5に示すように各封止体30は、各セル28において、セル壁27に隣接する、すなわちセル28の周辺領域を占有するクラッド(第1の封止部材)30aと、セル壁27に接触しない、すなわちセル28の中心軸線Xを含む中心領域を占有するコア(第2の封止部材)30bとから構成される二重構造を有する。クラッド30aのヤング率とコア30bのヤング率(E)は相違する。このヤング率(E)の相違により、封止体30とセル壁27との界面における熱応力を抑制することができる。クラッド30a及びコア30bを構成する材料又は組成を選択することにより、ヤング率(E)の異なるクラッド30a及びコア30bを得ることができる。一般にセラミックス材料が相違するとそのヤング率も相違する。また、同一の材料であっても封止部材の気孔率を変化させることによりヤング率(E)も変化させることができる。尚、一般にセラミックス材料の気孔率を上昇させるとヤング率(E)は低下することが知られている。
- [0022] クラッド30a及びコア30bを形成する主な材料(主成分)としては、上記ハニカム構

造体23と同一の特性を確保するといった観点から、ハニカム構造体23と同一の多孔質セラミックが好ましい。例えば、窒化アルミニウム、窒化珪素、窒化ホウ素、窒化チタン等の窒化物セラミック、炭化珪素、炭化ジルコニウム、炭化チタン、炭化タンタル、炭化タングステン等の炭化物セラミック、アルミナ、ジルコニア、コージュライト、ムライト、シリカ、チタニア、チタン酸アルミニウム等の酸化物セラミックが好ましい。なお、ここでいう「主成分」とは、封止体30を形成する材料中に50質量%以上含まれる成分をいう。

[0023] このクラッド30a及びコア30bを形成する材料中には、上記ハニカム構造体23と同様、例えばAl元素、Fe元素、B元素、Si元素及び遊離炭素よりなるその他の成分としての不純物が含有されてもよい。クラッド30a及びコア30bは、上記主な材料(主成分)及びその他の成分(不純物)等の配合量を適宜選択・調整することにより、クラッド30a及びコア30bのヤング率(E)を異ならせることができる。

[0024] ヤング率(E)は、縦弾性係数とも呼ばれ、弾性範囲で応力に対するひずみの値を決める定数である。一方向の引っ張り又は圧縮応力の方向に対するひずみ量の関係から、ヤング率(E) = 応力(σ) / ひずみ(ε)で求められる。ヤング率(E)は各セラミックス材料に対する公知の値(例えば、炭化珪素430GPa(JISR1602))を適用したり、各セラミックス材料のヤング率(E)を公知の測定機器を使用して測定した値を適用してもよい。尚、JISR1602においてセラミックスの室温の測定法が規定され、JISR1605においてセラミックスの高温の測定法が規定される。

[0025] ヤング率は、セラミックス材料の温度によって変化するため、本実施形態においては、好ましくは使用温度(600℃～800℃)においてクラッド30a及びコア30bのヤング率が相違することが好ましい。ヤング率の測定方法は、公知の測定法を用いることができ、例えばひずみゲージ法、静的試験法、横振動法、超音波法(パルスエコーオーバーラップ法)等を使用することができる。

[0026] クラッド30a及びコア30bの気孔率を変化させることにより、ヤング率を変化させる場合、上記材料に発泡材や原料となる封止体ペースト中の水分の含有量を調整することにより、達成することができる。上記発泡材としては使用時の加熱により分解されるものであれば特に限定されず、例えば、炭酸水素アンモニウム、炭酸アンモニウム、

酢酸アミル、酢酸ブチル及びジアゾアミノベンゼン等発泡材として公知のものを挙げることができる。さらに熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂等の樹脂や、無機物や有機物等のバルーン等を使用してもよい。

[0027] 上記熱可塑性樹脂としては特に限定されず、例えば、アクリル樹脂、フェノキシ樹脂、ポリエーテルスルホン、ポリスルホン等を挙げることができ、上記熱硬化性樹脂としては特に限定されず、例えば、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリイミド樹脂、ポリエステル樹脂、ビスマレイミド樹脂、ポリオレフィン系樹脂、ポリフェニレンエーテル樹脂等を挙げることができる。これらの樹脂の形状としては特に限定されず、例えば、球形、楕円球形、立方体状、不定形塊状、柱状及び板状等任意の形状を挙げることができる。また、上記樹脂が球形である場合、その平均粒径は30～300 μm であることが望ましい。

[0028] 上記バルーンとは、所謂、バブルや中空球を含む概念であり、上記有機物バルーンとしては特に限定されず、例えば、アクリルバルーン、ポリエステルバルーン等を挙げることができ、上記無機物バルーンとしては特に限定されず、例えば、アルミナバルーン、ガラスマイクロバルーン、シラスバルーン、フライアッシュバルーン(FAバルーン)及びムライトバルーン等を挙げることができる。これらバルーンの形状、及び、平均粒径等は、上述した樹脂と同様であることが望ましい。

[0029] ここで、上記発泡材や、熱可塑性樹脂や熱硬化性樹脂等の樹脂や、有機物又は無機物バルーンが封止体30に含まれていることで、封止体30のヤング率(E)を調整することができるのは、以下の通りであると考えられる。即ち、上述した材料は、本実施形態のハニカムフィルタを製造した段階では、各封止部材中に略均一な状態で分散しているが、上記ハニカムフィルタを実際に使用して、高温に加熱されると、上記発泡材等の有機分は分解されて焼失し、封止部材中に気孔が形成される。このとき、封止部材に形成される気孔の気孔率や気孔径等を調整することで、ヤング率(E)の値を調整することができる。

[0030] セルの中心領域を占有するコア30bのヤング率が、セルの周辺領域を占有するクラッド30aのヤング率よりも高いことが好ましい。かかる構成により、封止体30とセル壁27との界面における熱応力をより抑制することができる。また、封止体30の中心軸線X

に対する垂直断面において、一つのコア30bの面積(コアの面積比率という)は、対応するセル28の開口面積の20～80%のであることが好ましい。コア30bの面積比率は30～70%がより好ましく、40～60%が特に好ましい。コア30bの面積比率が、20%未満では、コア30bが小さく、製造が困難となる。また、低ヤング率のクラッド30aが封止体30の大部分を占めるため、封止体30の機械強度が低下するおそれがある。また、セル壁27とクラッド30aとのヤング率差が大きい場合、収縮率差も大きくなり、製造時における乾燥工程でクラックが発生しやすくなる。一方、コア30bの面積比率が、80%を超えると、封止体30とセル壁27との界面における熱応力が上昇し、クラックが発生するおそれがある。図9参照。

[0031] クラッド30a及びコア30bのヤング率は、互いに相違すれば特に限定されるものではないが、クラッド30aとコア30bのうち、高ヤング率のものは40～60GPaであることが好ましく、50～60GPaであることがより好ましい。クラッド30aとコア30bのうち、低ヤング率のものは10～40GPaであることが好ましく、20～35GPaであることがより好ましい。封止部材のヤング率が10GPa未満であると機械的強度が低下するおそれがある。一方、封止部材のヤング率が60GPaを超えると急な温度変化への耐性(耐熱衝撃性)が悪化するおそれがある。

[0032] セル28の中心軸線Xに対する垂直断面において、コア30bの形状は、特に限定されないが、略三角形、略四角形、略六角形、略八角形等の多角形、略円形等を採用することができる。それらの中で、封止体30とセル壁27との界面における熱応力をより抑制することができる略円形を採用することがより好ましい。

[0033] 図2に示すように、ハニカム構造体23の外周には、その全面に亘って塗布層41が設けられている。この塗布層41は、ケーシング18内におけるハニカムフィルタ21の位置ずれを抑制するために設けられる。塗布層41は、無機粒子、無機バインダ、有機バインダ等を含含有し、無機繊維を含含有してもよい。

[0034] 次に、本実施形態のハニカムフィルタ21の製造方法について説明する。ここでは、まず、ハニカム部材22と同一の形状をなすハニカム成形体の製造方法について説明する。ハニカム成形体は、主原料である多孔質セラミック粉末(例えば、上述した炭化珪素粉末)を含含有する原料ペーストを押出成形することにより得られる。原料ペー

ストには、その他、アルミニウム、ホウ素、鉄、炭素等の焼成助剤、有機バインダ(例えば、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリエチレングリコール等)及び水等が含有されていてもよい。なお、前記「原料ペースト」とは、本明細書における「ハニカム構造体23を形成する材料」を意味する。

[0035] 次に、所定のセル28の開口端部を封止体30で塞ぐ。より詳細には、対応するセル28のセル壁27に隣接する周辺領域を占有するようにクラッド30aを配置し、セル28の中心領域を占有するようにコア30bを配置する。例えば、図6に示されるように、最終的にクラッド30aを構成する封止体ペーストP1をセル28内に充填し(図6(a)参照)、その後、コア30bを構成する柱状部材30cを封止体ペーストP1中に押し込んで封止体30を作製する(図6(b)参照)。封止体ペーストP1をセル28内に充填する方法は、封止パターン状に開口されたマスク部材を使用した押出し充填法等の公知の方法を適宜採用することができる。

[0036] または、図7に示されるように、最終的にクラッド30aを構成する封止体ペーストP1及び最終的にコア30bを構成する封止体ペーストP2を二色押出し機(または二種押出し機)31を用いた二色押出し法を適用することによりセル28の開口端部に充填することができる。封止体ペーストP1及びP2としては、例えば、主原料である多孔質セラミック粉末(例えば、上述した炭化珪素粉末)の他、アルミニウム、ホウ素、鉄、炭素等の焼成助剤、潤滑剤(例えば、ポリオキシエチレンモノブチルエーテル)、溶剤(例えば、ジエチレングリコールモノ-2-エチルヘキシルエーテル)、分散剤(例えば、リン酸エステル系化合物)、バインダ(例えば、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリエチレングリコール等)等から構成されていてもよい。また、発泡材、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂等の樹脂や、無機物や有機物等のバルーン等を配合して封止体30の気孔率を調整することができる。但し、クラッド30aとコア30bのヤング率を相違させるために、封止体ペーストP1及びP2の組成又は気孔率は選択される。尚、柱状部材30cとしては、封止体ペーストP2を所定形状に成型し、乾燥したものを使用することができる。

[0037] この封止体ペーストが所定箇所に充填されたフィルタ成形体を所定条件で乾燥し、脱脂し、焼成し、焼成体を得る。複数の焼成体を接合材24で結束させて、接合した

後、所定条件で乾燥し、断面円形状に切削加工し、その外周部に塗布層41を形成することで、所望のハニカムフィルタ21が得られる。

[0038] 本実施形態のハニカムフィルタ21によれば、以下のような効果を得ることができる。

(1) 本実施形態のハニカムフィルタ21は、封止体30がセル壁27近傍の周辺領域を占有するクラッド30aとセル28の中心軸線X近傍の中心領域を占有するコア30bとから構成され、クラッド30aとコア30bとのヤング率は相違する。したがって、封止体30とセル壁27との界面における熱応力を抑制することができる。さらには、封止体30とセル壁27との界面付近におけるクラックの発生を抑制することができる。

[0039] 特に、軽量化を図るためにセル壁27が薄いハニカムフィルタ及びPMによる目詰まりを防止するためにセル壁27の気孔率が高いハニカムフィルタにおいて、応力緩和作用により使用時(特にPM再生時)のセル壁27のクラックの発生を抑制することができる。

[0040] (2) 本実施形態において、セルの中心領域を占有するコア30bのヤング率は、セルの周辺領域を占有するクラッド30aのヤング率よりも高い。したがって、一層熱応力を抑制し、クラックの発生を抑制することができる。

[0041] (3) 本実施形態において、封止体30の中心軸線Xに対する垂直断面において、コア30bの形状は、略円形を採用することがより好ましい。それにより、封止体30とセル壁27との界面における熱応力をより抑制することができる。

[0042] (4) 本実施形態において、セル壁27には酸化触媒が担持されていることが好ましい。この場合、セル壁27の表面及び内部に捕集されたPMを酸化触媒の作用により容易に燃焼及び除去することができる。

[0043] (5) 本実施形態において、ハニカム構造体23は、ハニカム部材22を接合材24により複数個結束させて形成されている。このため、本実施形態のハニカム構造体23においては、一つのハニカム部材22から形成された別のハニカム構造体と比べ、例えば、PMの燃焼により発生する熱衝撃が各部材間で低減されるようになる。従って、ハニカム構造体23におけるクラックの発生を効果的に抑制することができる。

[0044] なお、上記実施形態は以下のように変更してもよい。

・上記実施形態において、各セル28の開口端部は、いずれか一方の端面(上流側

端面29A, 下流側端面29B)の側において、ヤング率が相違するクラッド30aとコア30bからなる封止体30により封止されている。しかしながら、ハニカムフィルタ21の両端(上流側端面29A, 下流側端面29B)について、クラッド30aとコア30bからなる封止体30により構成されていなくてもよい。ハニカムフィルタ21の両端のうち少なくとも一端側について、クラッド30aとコア30bからなる封止体30により構成すればよい。

[0045] ・上記実施形態において、発明の効果を損なわない範囲において、一部の封止体について、従来の封止部材を適用してもよい。つまり、全ての封止体がヤング率が相違するクラッド30aとコア30bから構成されていなくてもよい。

[0046] ・上記実施形態において、ヤング率が相違するクラッド30aとコア30bからなる封止体30は、少なくとも、セル28の下流側に設けられることが好ましい。通常、セル壁に捕集されて堆積したPMが、バーナやヒータ等の加熱手段、又は排気ガスの熱により、燃焼及び除去される際、熱は下流側に多く負荷される。かかる構成においては、熱の負荷が多く掛かる下流側のクラックの発生を抑制することができる。

[0047] ・例えば、図8に示すようにセル28の排ガスが流入する通気上流側の開口端部(上流側端面29A)が大きく、排ガスを吐出する下流側の開口端部(下流側端面29B)が小さいハニカムフィルタのように、セル28の排ガス通気上流側の開口端部と下流側の開口端部の断面積が相違しているハニカムフィルタに適用してもよい。その場合、一般に面積が大きくなると熱膨張による伸縮が大きくなるため、少なくとも断面積の大きい側の開口端部(下流側端面29B)に、ヤング率が相違するクラッド30aとコア30bからなる封止体30が適用されることが好ましい。

[0048] ・上記実施形態では、複数のハニカム部材22を結束させて、外周部を切削加工して円柱状のハニカムフィルタを形成した。この手順に代えて、ハニカムフィルタの形状に応じた所定形状の複数のハニカム部材を予め形成し、それら複数のハニカム部材を組み立てることにより、円柱状のハニカムフィルタを形成してもよい。この場合、外周部の切削加工を省略することができる。

[0049] ・上記実施形態では、複数のハニカム部材22を結束させてハニカムフィルタ21(分割型)を構成した。しかしながら、一つのハニカム部材からなるハニカムフィルタ(一体型)を構成してもよい。

[0050] ・上記実施形態において、柱状部材30cを一定の垂直断面形状を有する柱状とした。しかしながら、セル28内への挿入を容易にするために先端はテーパ状や凸型であつてもよい。

[0051] ・コア30bの中心軸線は、セル28の中心軸線Xと一致する必要はなく、ずれていてもよい。

次に、実施例を説明する。ただし本発明は実施例に限定されない。

[0052] <ハニカムフィルタの製造>

平均粒径 $10\mu\text{m}$ の α 型炭化珪素粉末7000重量部と、平均粒径 $0.5\mu\text{m}$ の α 型炭化珪素粉末3000重量部とを湿式混合し、得られた混合物10000重量部に対して、有機バインダ(メチルセルロース)を570重量部、水を1770重量部加えて混練して混合組成物を得た。次に、上記混合組成物に可塑剤(日本油脂社製ユニループ)を330重量部、潤滑剤(グリセリン)を150重量部加えてさらに混練した後、押出成形を行い、図3に示した角柱形状の生成形体を作製した。尚、一つのセル28は一辺が 1.165mm の略正方形であり、セル壁27の厚みは、 0.125mm とした。

[0053] 次に、マイクロ波乾燥機等を用いて上記生成形体を乾燥させ、セラミック乾燥体とした後、セル28の周辺領域をクラッド30aで占有し、中心領域をコア30bで占有して、セル28の開口端部を塞いだ。クラッド30a及びコア30bの各々を形成するために、上記生成形体と同様の材料からなる封止体ペーストを作製した。気孔率を変えることができる材料をクラッド30a用の封止体ペーストと、コア30b用の封止体ペーストとに添加して、クラッド30aとコア30bの気孔率を調整することにより、表1に記載されるような所定のヤング率を有するようなクラッド30aとコア30bを得た。セル28内への封止体30の充填方法としては、まず、予め封止体ペーストから、コア30bとして機能する柱状部材30cを作製した。図示した柱状部材30cは正四角柱であるが、他の形状であつてもよい。尚、各実施例の柱状部材30cは、セル28の垂直断面積($1.165\text{mm} \times 1.165\text{mm} = 1.357\text{mm}^2$)を基準として、表1に示されるようにセルの25~75%の面積比率となるように、柱状部材30cの断面の一辺の長さを調整した。例えば、コア30bの面積比率75%の場合、柱状部材の一辺を 1.009mm とした。コア30bの面積比率50%の場合、柱状部材の一辺を 0.824mm として成形した。次に、クラッド30a用

の封止体ペーストP1をセル28内に充填し、クラッド30aが乾燥する前に、柱状部材30cをセル28の中心領域を占有するように配設した。

[0054] 次いで、再び乾燥機を用いて乾燥させた後、400℃で脱脂し、常圧のアルゴン雰囲気下2200℃、3時間で焼成を行うことにより、封止体30が表1に示されるような気孔率及びヤング率を有する炭化珪素焼結体からなるハニカム部材22を製造した。尚、焼成後のハニカム部材22のセル壁の気孔率は42%、ヤング率は58.1GPaであった。

[0055] 接合材ペーストは、平均繊維長20 μm のアルミナファイバ30重量%、平均粒子径0.6 μm の炭化ケイ素粒子21重量%、シリカゾル15重量%、カルボキシメチルセルロース5.6重量%、水28.4重量%を混合し、混練して調製した。接合材ペーストをハニカム焼成体の側面に塗布して、16個(縦4個、横4個)のハニカム焼成体を結束して集合体を形成した。この集合体を120℃で乾燥して接合材ペーストを固化させてセラミックブロックを作成した。固化後の接合材ペースト(接合体)の厚みすなわち隣接するハニカム焼成体の間隔は1.0mmであった。セラミックブロックの外周をダイヤモンドカッターで研削してセラミックブロックを円柱形に整えた。接合体ペーストと同じ材料からなる塗布層ペーストを用いて、セラミックブロックの外周部に厚さ0.2mmの塗布層を形成した。120℃で乾燥して、外周が塗布層で覆われた直径143.8mm、長さ150mmの円柱状のハニカムフィルタ21を製造した。

[0056] <再生試験>

各例のハニカムフィルタ21を排気ガス浄化装置10に設置し、エンジンを回転速度3000 min^{-1} 、トルク50Nmで所定時間運転させて排気ガスの浄化試験を行い、PMを捕集した。次に、エンジンを回転速度4000 min^{-1} でフルロード状態とし、ハニカムフィルタ21の温度が700℃付近で一定になったところで、エンジンを回転速度1050 min^{-1} 、トルク30Nmに変更してPMを強制的に燃焼させた。そのときの各例のハニカムフィルタ21について、封止体30とセル壁27の界面付近においてクラックの発生と拡大を観察した。

[0057] <最大応力の推定>

上記のように作製した各例のハニカムフィルタ21について、封止体30とセル壁27

の界面における最大応力をシミュレーション(応力シミュレーション用ソフトウェア、ANSYS(アンシス):ANSYS社製)によって推定した。その結果を表1及び図9に示す。

[0058] [表1]

	クラッド(周辺領域)			コア(中心領域)			最大応力 (MPa)	再生試験後の クラック発生
	材質	ヤング率 (E)(GPa)	面積比率 (%)	材質	ヤング率 (E)(GPa)	面積比率 (%)		
実施例1	SiC	29.1	25	SiC	58.1	75	69.6	なし
実施例2	SiC	29.1	50	SiC	58.1	50	64.7	なし
実施例3	SiC	29.1	75	SiC	58.1	25	61.6	なし
実施例4	SiC	58.1	50	SiC	29.1	50	71.9	なし
比較例1	-	-	0	SiC	58.1	100	79.5	あり
比較例2	SiC	29.1	100	-	-	0	57.3	あり

[0059] 表1及び図9に示されるように、ヤング率が58.1GPaの柱状部材のみからなる封止体30を使用した比較例1では、封止体30とセル壁27の界面における最大応力が79.5MPaとなり再生試験後においてクラックの発生と拡大が生じた。クラッド30a用の封止体ペーストP1のみから製造した封止体30を使用した比較例2では、気孔率が高いため封止体30の強度が低下し、再生試験後においてクラックの発生と拡大が認められた。

[0060] セルの周辺領域と中心領域にそれぞれ対応付けられた、ヤング率(気孔率)の異なるクラッド30aとコア30bとからなる二重構造の封止体30で塞いだ実施例1～4では、比較例1に比べ封止体30とセル壁27の界面における最大応力を低下させることができ、再生試験においてクラックの発生と拡大は認められなかった。

[0061] 実施例2, 4の比較から、コア30bの面積比率が同じである場合、コア30bのヤング率を高くすることにより応力を低減できることが確認される。実施例1～3の比較から、ヤング率の低いクラッド30aの面積比率の上昇に伴い、最大応力が低減されることが確認される。

[0062] <コアの形状の検討>

上記柱状部材30cの長手方向に対する垂直断面の形状を正四角形、正八角形、円形と変化させた場合における、最大応力をシミュレーション(応力シミュレーション用ソフトウェア、ANSYS(アンシス):ANSYS社製)により推定した。尚、セル28の垂

直断面におけるクラッド30aとコア30bの面積比率はいずれも50%とした。その結果を表2に示す。

[0063] [表2]

	クラッド(周辺領域)			コア(中心領域)				最大応力 (MPa)
	材質	ヤング率 (E)(GPa)	面積比率 (%)	垂直断 面形状	材質	ヤング率 (E)(GPa)	面積比率 (%)	
実施例 5	SiC	29.1	50	四角形	SiC	58.1	50	64.7
実施例 6	SiC	29.1	50	八角形	SiC	58.1	50	61.9
実施例 7	SiC	29.1	50	円形	SiC	58.1	50	61.3

[0064] 表2に示されるように、多角形の場合、角数が多い場合は最大応力が低下する傾向にあることが確認された。また、多角形よりも円形の方が最大応力が低い傾向にあることが確認された。以上、本実施例においては、気孔率の調整によってヤング率を変化させた例を示した。なお、データは示さないが、セラミックス材料を変化させることによってヤング率を同様に变化させた場合もほぼ同様の数値結果が得られると考えられる。

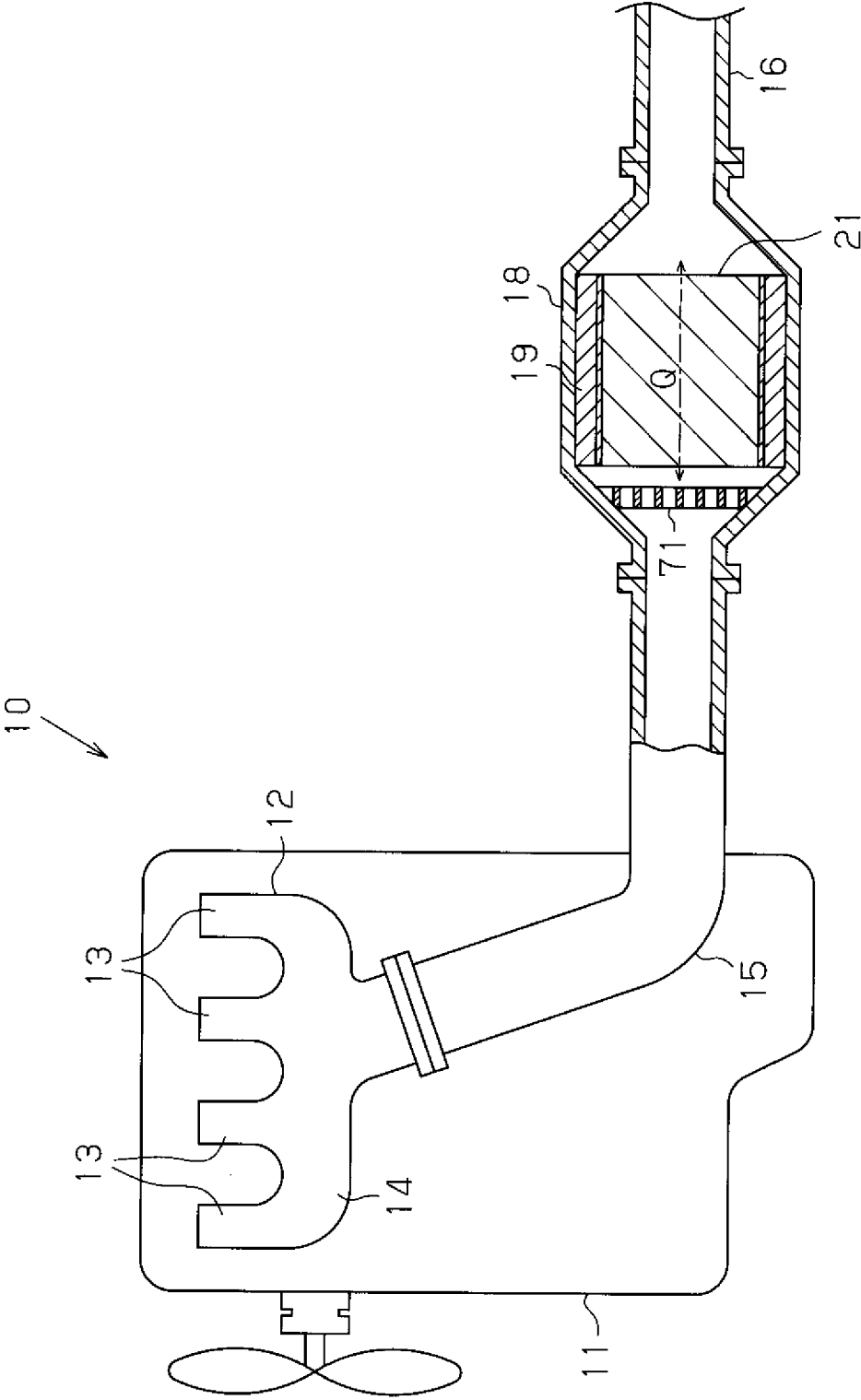
請求の範囲

- [1] セル壁によってハニカム形状に区画された複数のセルを有する柱状のハニカム構造体と、各セルの選択された一方の開口端部を封止する封止体とを備えるハニカムフィルタにおいて、
- 前記封止体は、対応するセルの開口端部において、当該セルの周辺領域を占有するクラッドと、前記対応するセルの中心軸を含む中心領域を占有するコアとから構成され、該コアのヤング率と該クラッドのヤング率とが相違していることを特徴とするハニカムフィルタ。
- [2] 前記コアのヤング率は、前記クラッドのヤング率よりも高いことを特徴とする請求項1に記載のハニカムフィルタ。
- [3] 前記コアは、前記セルの中心軸に対する垂直断面において20～80%の面積比率であることを特徴とする請求項1又は請求項2に記載のハニカムフィルタ。
- [4] 前記コアは、前記セルの中心軸に対する垂直断面において略円形であることを特徴とする請求項1から請求項3のいずれか一項に記載のハニカムフィルタ。
- [5] 前記ハニカム構造体は、第1の開口断面積を有する第1の複数のセルと、前記第1の開口断面積とは異なる第2の開口断面積を有する第2の複数のセルとを有し、
- 前記第1の複数のセルと前記第2の複数のセルの一方が、前記コアと前記クラッドを有する前記封止体によって塞がれており、前記第1の複数のセルと前記第2の複数のセルの他方が、前記コアと前記クラッドを有する前記封止体とは異なる封止体によって塞がれていることを特徴とする請求項1から請求項4のいずれか一項に記載のハニカムフィルタ。
- [6] 前記第1の開口断面積は前記第2の開口断面積よりも大きく、前記封止体は、前記第1の複数のセルの開口端部に設けられることを特徴とする請求項5に記載のハニカムフィルタ。
- [7] 前記ハニカム構造体は、排ガスが流入する上流端部と、排ガスが流出する下流端部とを有し、
- 前記封止体は、前記ハニカム構造体の前記下流端部において、前記複数のセルのうちから選択された複数のセルの開口端部に設けられることを特徴とする請求項1

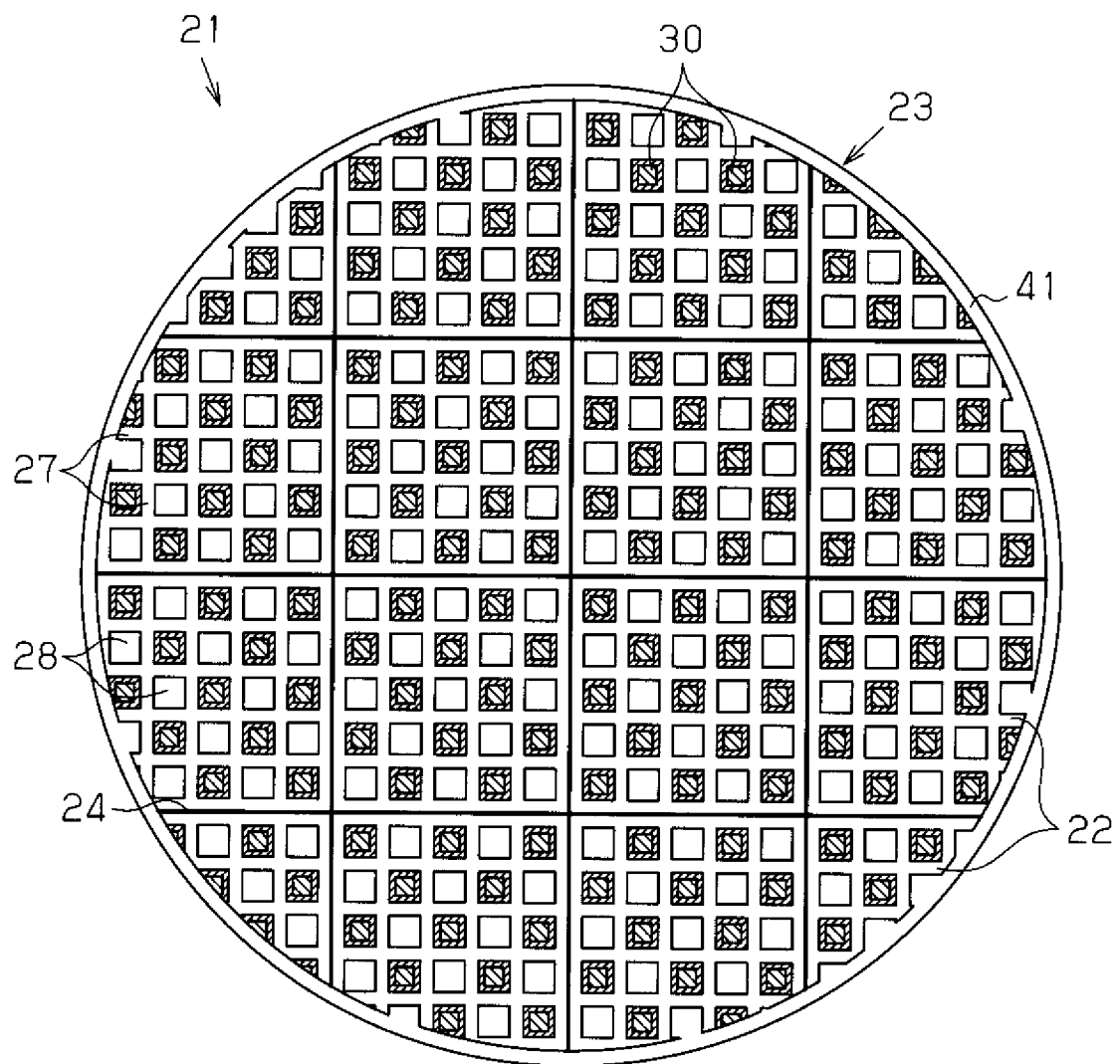
から請求項6のいずれか一項に記載のハニカムフィルタ。

- [8] 前記封止体は、前記コアと前記クラッドの各々が多孔質セラミックからなる、2重構造のセラミック封止体である請求項1から請求項7のいずれか一項に記載のハニカムフィルタ。

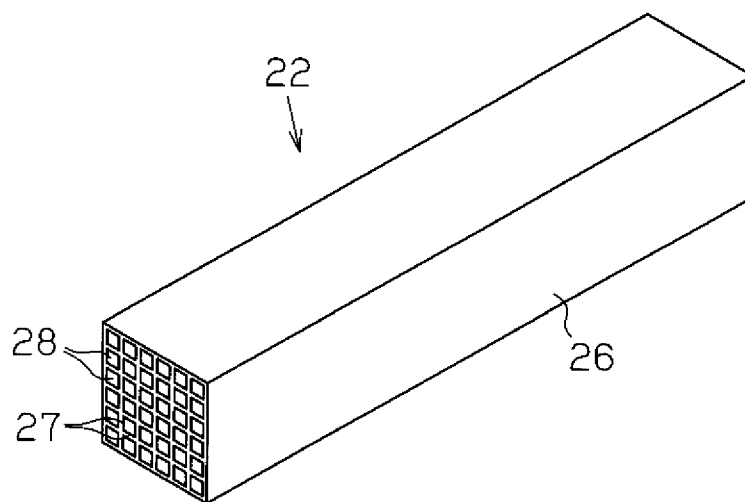
[図1]



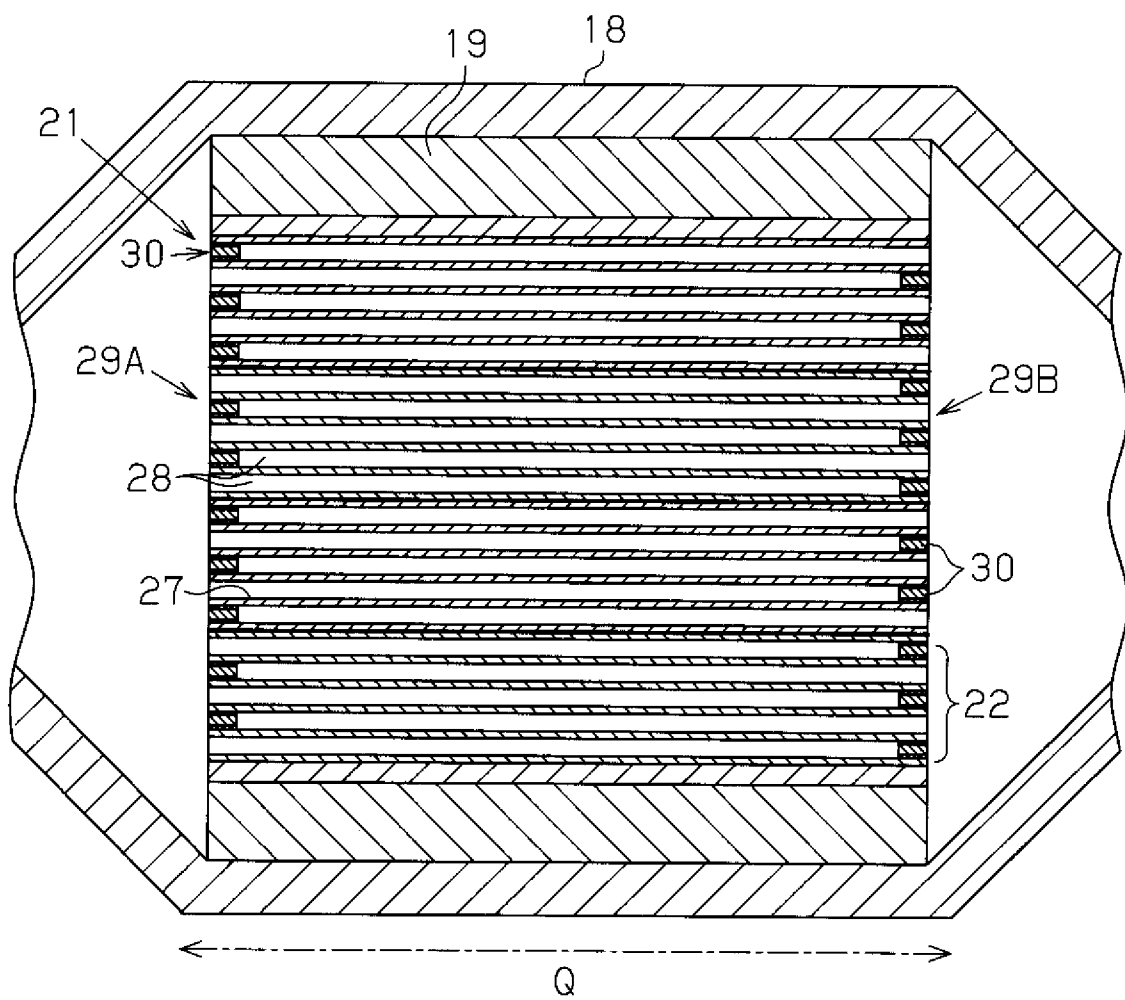
[図2]



[図3]

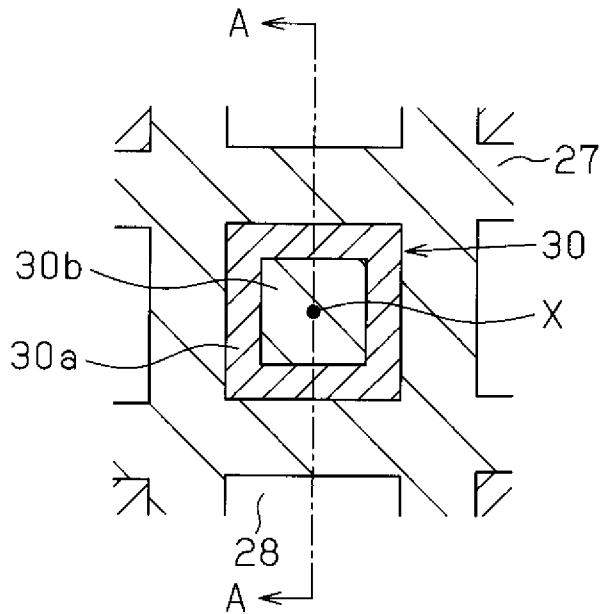


[図4]

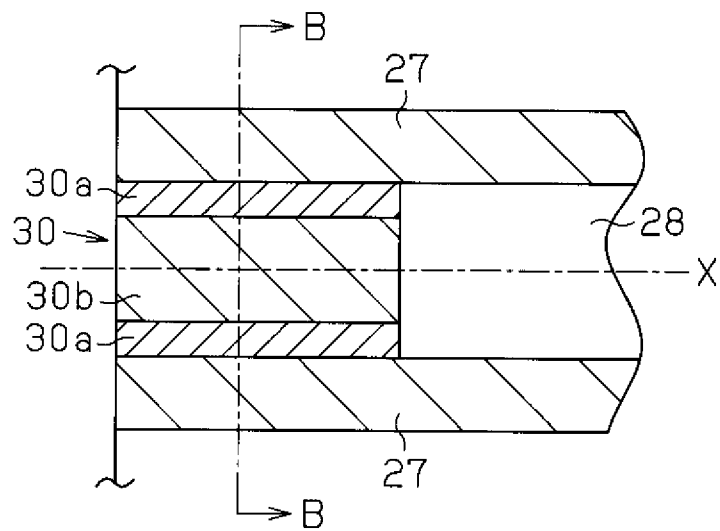


[図5]

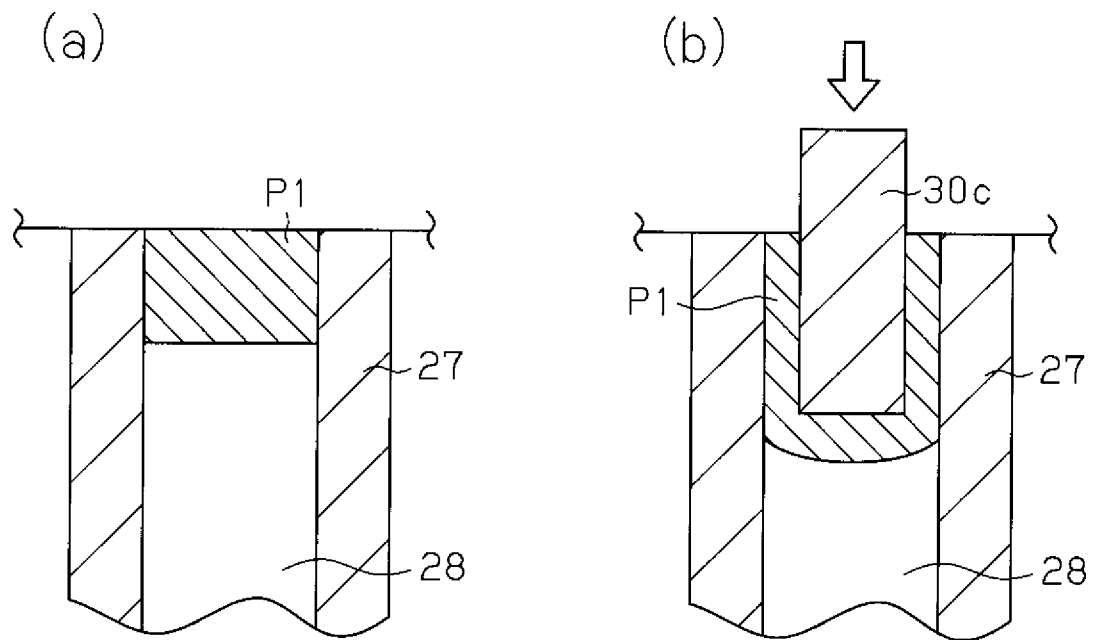
(a) B-B断面



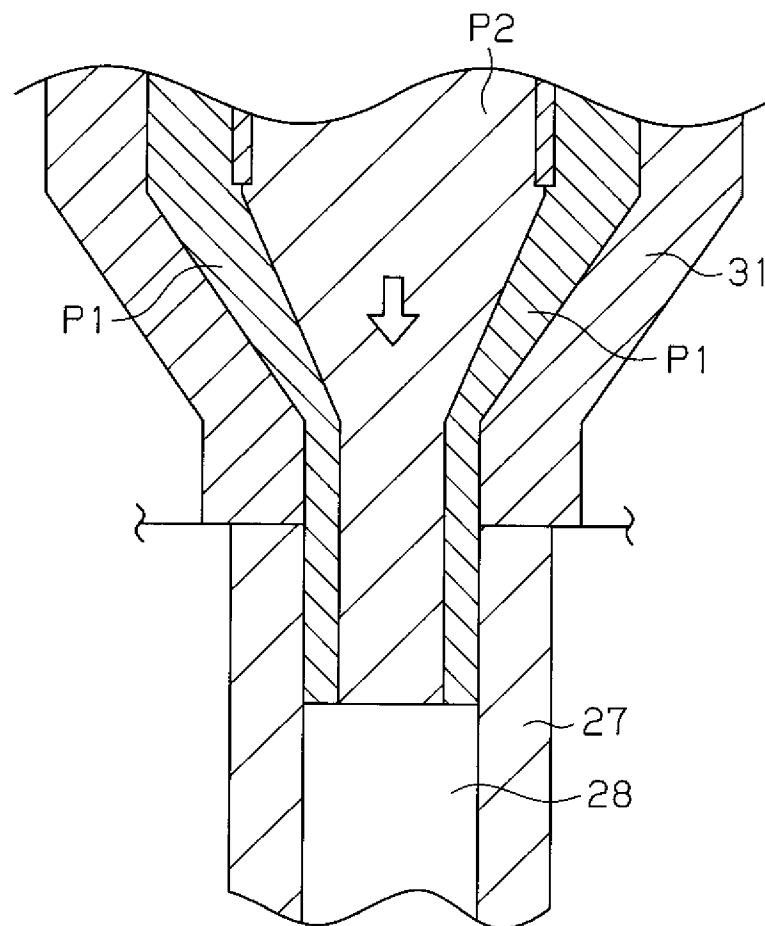
(b) A-A断面



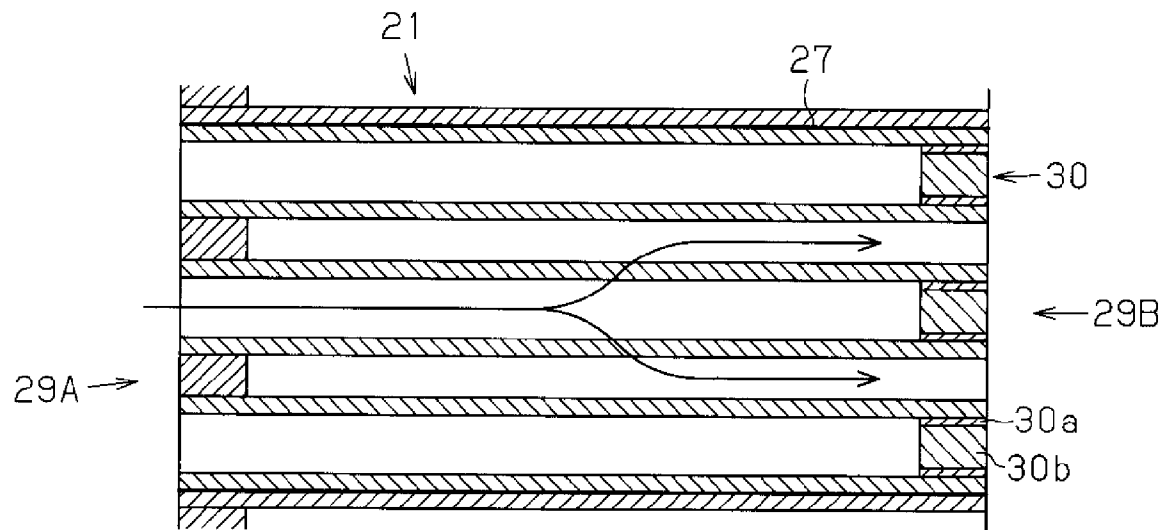
[図6]



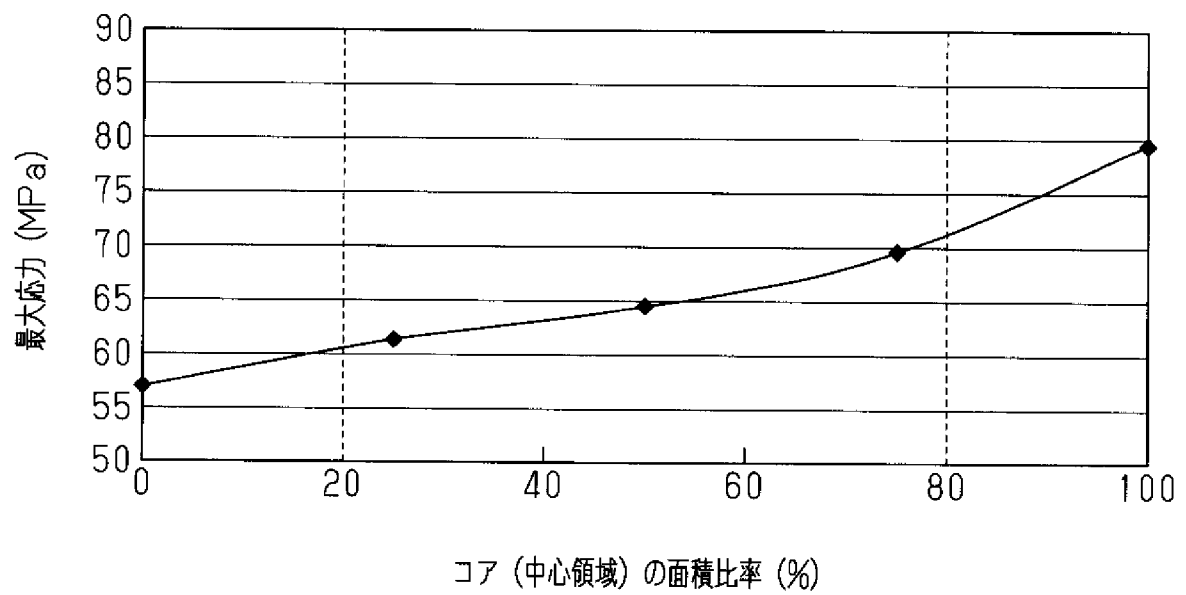
[図7]



[図8]



[図9]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2007/066582

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B01D39/20(2006.01)i, F01N3/02(2006.01)i, B28B11/02(2006.01)n

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B01D39/20, F01N3/02, B28B11/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2007
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2007	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2007

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2004-168030 A (NGK Insulators, Ltd.), 17 June, 2004 (17.06.04), Claims; Par. Nos. [0011] to [0023], [0029]; examples 1 to 3; Figs. 1 to 11 & US 2004/0131772 A1 & EP 1418032 A2	1, 3-8
A	JP 3-74512 A (Toyota Motor Corp.), 29 March, 1991 (29.03.91), Full text (Family: none)	1-8
A	JP 2004-113930 A (Hitachi Metals, Ltd.), 15 April, 2004 (15.04.04), Full text (Family: none)	1-8



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
22 November, 2007 (22.11.07)

Date of mailing of the international search report
04 December, 2007 (04.12.07)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2007/066582

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2004-251266 A (Hitachi Metals, Ltd.), 09 September, 2004 (09.09.04), Full text (Family: none)	1-8
A	JP 2006-198603 A (Hitachi Metals, Ltd.), 03 August, 2006 (03.08.06), Full text (Family: none)	1-8
E,A	WO 2007/111175 A1 (NGK Insulators, Ltd.), 04 October, 2007 (04.10.07), Full text (Family: none)	1-8
E,A	WO 2007/119408 A1 (NGK Insulators, Ltd.), 25 October, 2007 (25.10.07), Full text (Family: none)	1-8

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C）） Int.Cl. B01D39/20(2006.01)i, F01N3/02(2006.01)i, B28B11/02(2006.01)n			
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C）） Int.Cl. B01D39/20, F01N3/02, B28B11/02			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1 9 2 2 - 1 9 9 6 年 日本国公開実用新案公報 1 9 7 1 - 2 0 0 7 年 日本国実用新案登録公報 1 9 9 6 - 2 0 0 7 年 日本国登録実用新案公報 1 9 9 4 - 2 0 0 7 年			
国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示		関連する 請求の範囲の番号
X	JP 2004-168030 A（日本碍子株式会社）2004.06.17, 特許請求の範囲、【0011】-【0023】、【0029】、実施例 1-3、図 1-11 & US 2004/0131772 A1 & EP 1418032 A2		1, 3-8
A	JP 3-74512 A（トヨタ自動車株式会社）1991.03.29, 公報全文（ファミリーなし）		1-8
A	JP 2004-113930 A（日立金属株式会社）2004.04.15, 公報全文（ファミリーなし）		1-8
☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。 ☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。			
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の 1 以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献			
国際調査を完了した日 2 2 . 1 1 . 2 0 0 7		国際調査報告の発送日 0 4 . 1 2 . 2 0 0 7	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（I S A / J P） 郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5 東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号		特許庁審査官（権限のある職員） 中村 泰三 電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 6 8	4 Q 9 0 4 0

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2004-251266 A (日立金属株式会社) 2004. 09. 09, 公報全文 (ファミリーなし)	1-8
A	JP 2006-198603 A (日立金属株式会社) 2006. 08. 03, 公報全文 (ファミリーなし)	1-8
EA	WO 2007/111175 A1 (日本碍子株式会社) 2007. 10. 04, 公報全文 (ファミリーなし)	1-8
EA	WO 2007/119408 A1 (日本碍子株式会社) 2007. 10. 25, 公報全文 (ファミリーなし)	1-8